

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

RICARDO RODRIGO WOLF CRUZ

**DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA PARA ANÁLISE DE FLUORESCÊNCIA EM
CENTROS N-V DO DIAMANTE SUBMETIDOS A CAMPOS MAGNÉTICOS**

**CURITIBA
2012**

RICARDO RODRIGO WOLF CRUZ

**DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA PARA ANÁLISE DE FLUORESCÊNCIA EM
CENTROS N-V DO DIAMANTE SUBMETIDOS A CAMPOS MAGNÉTICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, área de concentração Eletrônica, Departamento de Engenharia Elétrica, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Orientador: Prof. Dr. Márlcio José do Couto Bonfim.

Coorientador: Prof. Dr. Wilson Arnaldo Artuzi Júnior.

**CURITIBA
2012**

Cruz, Ricardo Rodrigo Wolf

Desenvolvimento de sistema para análise de fluorescência em centros N -V do diamante submetidos a campos magnéticos / Ricardo Rodrigo Wolf
Cruz – Curitiba, 2012.

80 f. il.: tabs. grafs.

Orientador: Prof. Dr. Marlio José do Couto Bonfim

Coorientador: Prof. Dr. Wilson Arnaldo Artuzi Júnior

Dissertação (Mestrado) – Dissertação apresentada como requisito parcial a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica – PPGEE, Departamento de Engenharia Elétrica, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná.

Inclui Bibliografia

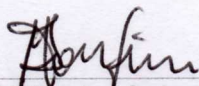
1. Diamante. 2. Campos Magnéticos. I. Bonfim, Marlio José do Couto.
III. Universidade Federal do Paraná.

CDD 553.82

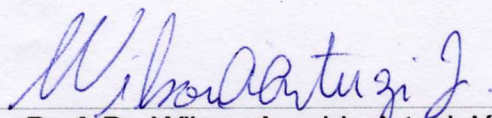
RICARDO RODRIGO WOLF CRUZ

**DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA PARA ANÁLISE DE FLUORESCÊNCIA EM
CENTROS N-V DO DIAMANTE SUBMETIDOS A CAMPOS MAGNÉTICOS**

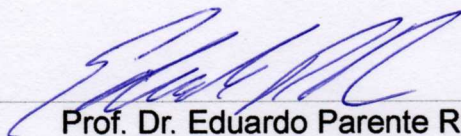
Dissertação aprovada como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre no programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Universidade Federal do Paraná pela seguinte banca examinadora:



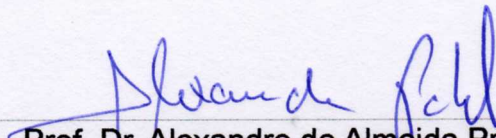
Prof. Dr. Márlcio José do Couto Bonfim
Orientador, Universidade Federal do Paraná



Prof. Dr. Wilson Arnaldo Artuzi Júnior
Coorientador, Universidade Federal do Paraná



Prof. Dr. Eduardo Parente Ribeiro
Convidado, Universidade Federal do Paraná



Prof. Dr. Alexandre de Almeida Prado Pohl
Convidado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Curitiba, 28 de maio de 2012.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por tudo e por todos. Também agradeço à minha família, amigos e namorada por todo amor e carinho, em especial à minha mãe e à minha avó por todo o apoio e dedicação ao longo da minha vida.

Gostaria de agradecer a todo o corpo docente do departamento de Engenharia Elétrica da Universidade Federal do Paraná por ampliar meu conhecimento e por todo o auxílio prestado. Em especial gostaria de agradecer ao meu orientador, Prof. Dr. Márlcio José do Couto Bonfim, pela atenção, pelo conhecimento transmitido e pela dedicação incansável sempre contribuindo para melhorar este e inúmeros outros trabalhos. Também agradeço ao meu coorientador, Prof. Dr. Wilson Arnaldo Artuzi Júnior, por todas as discussões que ajudaram na elaboração deste trabalho.

Agradeço ao departamento de Física da Universidade Federal do Paraná por disponibilizar o espectrômetro utilizado neste trabalho e por disponibilizar sua oficina mecânica. Agradeço também a Brasilsat por disponibilizar um amplificador de rádio frequência e ao LACTEC por disponibilizar um analisador de redes vetorial. De maneira análoga agradeço ao Prof. Dr. Alexandre Pohl da Universidade Tecnológica Federal do Paraná pela atenção e por disponibilizar um analisador de redes vetorial caso fosse necessário. Gostaria também de agradecer a Lucia Uchoa pelo fornecimento dos diamantes, especialmente pelo envio de amostras extras.

Por fim agradeço a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo fornecimento da minha bolsa e de recursos que auxiliaram no desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

O centro N-V consiste num defeito atômico do diamante e apresenta perspectiva de aplicação em diversas áreas, desde a física até a biologia. Os fenômenos a ele relacionados vêm sendo extensamente estudados. Mesmo assim, muito ainda precisa ser compreendido para sua aplicação prática. Este trabalho apresenta um sistema compacto e portátil para estudo dos centros N-V. O sistema permite excitação luminosa (532 nm) das amostras e medição de sua resposta fluorescente (600 – 800 nm). Um sistema de focalização, com movimentação em 3 eixos e resolução micrométrica, permite a focalização em pontos diferentes das amostras, permitindo o estudo das variações espaciais. O sistema também permite aplicação de campos magnetoestáticos e sinais de RF com frequência e amplitude variável nas amostras de diamante, permitindo o estudo da variação da fluorescência com estes sinais. Algumas medidas de fluorescência com o sistema são apresentadas, incluindo imagens confocais.

ABSTRACT

The N-V center consists in a point defect in diamond and has potential applications in multiple areas, ranging from physical to biological sciences. The phenomena involving N-V centers have been extensively studied. However, the practical application of this system requires further investigation of the center itself. This work presents a compact and portable system capable of providing optical excitation (532 nm) of the centers and detecting their fluorescence signal (600 – 800 nm). A 3 axis focusing system with micrometric resolution allows spacial scanning of the samples. Static magnetic fields and radio frequency signals can also be provided by the system, allowing the study of their influence in the fluorescence. Some fluorescence measurements were performed with the developed system, including confocal images.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1.....	11
Figura 1.2.....	13
Figura 1.3.....	14
Figura 1.4.....	15
Figura 2.1.....	18
Figura 3.1.....	23
Figura 3.2.....	24
Figura 3.3.....	25
Figura 3.4.....	26
Figura 3.5.....	27
Figura 3.6.....	28
Figura 3.7.....	29
Figura 3.8.....	30
Figura 3.9.....	31
Figura 3.10.....	33
Figura 3.11.....	34
Figura 3.12.....	35
Figura 3.13.....	36
Figura 3.14.....	37
Figura 3.15.....	38
Figura 3.16.....	39
Figura 3.17.....	40
Figura 3.18.....	40
Figura 3.19.....	41
Figura 3.20.....	42
Figura 3.21.....	43
Figura 3.22.....	44
Figura 3.23.....	45
Figura 3.24.....	46
Figura 3.25.....	47
Figura 3.26.....	48
Figura 3.27.....	51
Figura 3.28.....	52
Figura 3.29.....	53
Figura 3.30.....	54
Figura 3.31.....	55
Figura 3.32.....	56
Figura 3.33.....	58
Figura 3.34.....	59
Figura 3.35.....	60
Figura 4.1.....	61
Figura 4.2.....	62
Figura 4.3.....	63
Figura 4.4.....	64
Figura 4.5.....	64
Figura 4.6.....	65
Figura 4.7.....	65
Figura 4.8.....	66
Figura 4.9.....	67
Figura 4.10.....	68
Figura 4.11.....	69

Figura 4.12.....70

Figura 4.13.....71

Figura A.1.....75

Figura A.2.....75

Figura C.1.....77

Figura C.2.....78

Figura D.1.....80

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1.....	39
Tabela 3.2.....	49
Tabela 3.3.....	50

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO.....	10
1.1 Considerações iniciais e Motivação.....	10
1.2 Revisão Bibliográfica.....	10
1.3 Objetivos.....	15
1.4 Estrutura da Dissertação.....	16
2 - SISTEMA PROPOSTO.....	18
2.1 Descrição geral do sistema.....	18
2.2 Principais Componentes e Materiais.....	21
3 - DESENVOLVIMENTO.....	23
3.1 Amostras de Diamante.....	23
3.2 Detectores de Fluorescência.....	24
3.3 Diodo laser.....	28
3.4 Sistema de Focalização.....	32
3.5 Aplicação e medição de sinais de RF.....	35
3.5.1 Placa para aplicação de sinais de RF.....	36
3.5.2 Amplificador de RF.....	43
3.5.3 Medição de sinais de RF.....	44
3.5.4 Campo magnético advindo do sinal de RF.....	46
3.5.5 Sincronismo entre Gerador de RF e detector de fluorescência.....	56
3.6 Aplicação de campos magnetoestáticos.....	56
3.7 Montagem física.....	58
4 - RESULTADOS.....	61
4.1 Sinais de RF aplicados na região da amostra.....	61
4.1.1 Medições efetuadas e comparação com simulações.....	61
4.2 Excitação e Fluorescência do centro N-V.....	63
4.2.1 Sistema Isolado.....	63
4.2.2 Imagens confocais.....	66
4.2.3 Tentativa de interação do sinal de fluorescência com sinais de RF.....	67
4.2.4 Tentativa de interação do sinal de fluorescência com sinais de RF e campos magnetoestáticos.....	69
5 - CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS.....	72
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	73
ANEXO A – CURVAS DE RESPOSTA DOS FILTROS ÓPTICOS.....	75
ANEXO B – ESTIMATIVA DO COMPRIMENTO DA LINHA DE TRANSMISSÃO.....	76
ANEXO C – CÁLCULO ANALÍTICO SIMPLIFICADO DO CAMPO NA MEIA-ESPIRA.....	77
ANEXO D – LAY-OUT DO AMPLIFICADOR PARA O FOTODIODO.....	80

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais e Motivação

Em diversos campos de estudo, desde a biologia até a física, a detecção de campos magnéticos de magnitude cada vez menor e com grande exatidão vem se tornando importante para o entendimento dos fenômenos e sistemas em estudo [1]. Deste modo torna-se um desafio cada vez maior aos pesquisadores o desenvolvimento de técnicas e sistemas capazes de suprir as necessidades e os requisitos para medições magnéticas.

Um sistema que vem sendo estudado recentemente com possíveis aplicações em magnetometria, computação quântica, criptografia entre outros [2] [3] [4] é o centro N-V, defeito atômico que pode ser encontrado na estrutura cristalina do diamante. Tal defeito apresenta propriedades óticas como fotoabsorção e fotoemissão em comprimentos de ondas distintos, além da interação destes fenômenos com campos magnéticos externos de rádio frequência (RF) ou magnetoestáticos [3]. As transições eletrônicas presentes nos processos de fotoabsorção e no posterior decaimento energético dos elétrons (com fotoemissão ou não) em um centro N-V promovem a polarização do spin em torno de 80% [5]. Tais propriedades são observáveis em temperatura ambiente [6], em contraposição a outros sistemas com propriedades similares de polarização de spin, observáveis apenas em temperaturas da ordem de dezenas de Kelvin [7]. Isso, aliado a possibilidade de uso destas propriedades para magnetometria, torna o defeito um ótimo candidato para uso em sistemas práticos.

Outra vantagem de um sistema para medições magnéticas baseado num centro N-V é seu tamanho. Por ser constituído de apenas um átomo de impureza e uma lacuna no interior da estrutura do diamante, um cristal com alguns nanômetros de diâmetro já pode apresentar centros com utilidade prática. Tal cristal pode servir de sonda, com precisão espacial da ordem de nanômetros possibilitando uso em sistemas pequenos, inclusive para magnetometria em células vivas [3] [8].

Este trabalho foi motivado principalmente pela possibilidade de se utilizar os centros N-V como magnetômetro em escala nanométrica, com grande exatidão e sensibilidade, e operação em temperatura ambiente. Além disso, faz-se necessário um melhor conhecimento e caracterização deste sistema físico, tendo em vista que ainda existem vários pontos não esclarecidos na literatura especializada.

1.2 Revisão Bibliográfica

O centro N-V é um defeito presente na estrutura cristalina do diamante, sendo formado por

uma lacuna (sítio da rede cristalina que normalmente deveria estar ocupado por um átomo, mas está vazio [9]) associada a um átomo de impureza substitucional (no caso, nitrogênio) [2]. Tal defeito está presente em diamantes naturais e artificiais, mas também pode ser criado através do bombardeamento do diamante com partículas de alta energia (elétrons, prótons, íons, nêutrons, entre outros) seguido do recozimento do diamante a temperaturas superiores a 700 °C [10].

Analisando a estrutura formadora do centro N-V, percebe-se que o átomo de nitrogênio apresenta 3 dos seus cinco elétrons de valência participando de ligações covalentes com os átomos de carbono circundantes, e os dois elétrons restantes não ligados. Já a lacuna apresenta 2 elétrons formando uma ligação quasi-covalente entre si e um terceiro elétron não pareado. Um diagrama do defeito pode ser observado na Figura 1.1. O centro N-V apresenta dois estados de carga conhecidos, o $N-V^0$, paramagnético e pouco estudado na prática, e o $N-V^-$, que apresenta spin total 1 devido à presença de um elétron a mais na lacuna formando um par com um dos elétrons de valência [11] [12].

A simetria do centro N-V é trigonal piramidal (C_{3v}), apresentando simetria axial na qual os elétrons da lacuna trocam de função continuamente. A estrutura eletrônica do centro N-V vem sendo extensamente estudada com testes experimentais e modelos teóricos devido à grande gama de fenômenos e aplicações que vêm sendo atribuídas à mesma. No entanto, ela ainda não foi totalmente compreendida, os modelos apresentam problemas e a literatura ainda apresenta muitas incongruências [13]. Tais problemas precisam ser resolvidos e compreendidos para possibilitar a utilização prática do centro N-V [14].

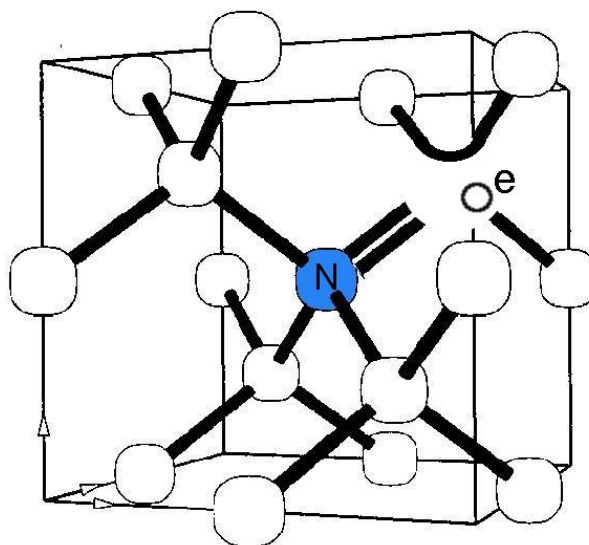


Figura 1.1: Diagrama de um centro N-V na estrutura cristalina do diamante. As esferas brancas representam átomos de carbono, os traços ligações covalentes e o "O^e" o elétron livre da lacuna. Retirado de [15].

Um dos fatores que chama a atenção para os centros N-V está relacionado com as transições eletrônicas para os elétrons de valência, que resultam em propriedades de fotoabsorção e fotoemissão (fluorescência) na faixa da luz visível, além da polarização do spin nas transições envolvidas [16]. Dentre os níveis de energia possíveis para estes elétrons estão o nível fundamental, chamado 3A , e o nível 3E . Ambos são tripletos, ou seja, permitem três estados quânticos distintos para o spin total ($m_s = +1, 0$ ou -1). Estes níveis têm sido estudados na literatura e são os que apresentam maior número de medições experimentais [14], sendo que a maioria dos experimentos realizados utilizam-se da transição ótica do estado 3A para o 3E . Existem um ou mais níveis de energia situados entre os níveis de energia já citados que ainda não foram totalmente compreendidos, mas que possuem papel importante nos fenômenos de alteração da fluorescência e na polarização do spin nos centros N-V. Os níveis ainda desconhecidos são tema de hipóteses, experimentos e discussões na busca de obter-se um modelo compatível com todos os fenômenos observados, e serão brevemente discutidos adiante.

O estado 3A apresenta, na ausência de campo magnético externo, uma diferença de energia entre o estado 0 (elétrons com spins antiparalelos, menos energético) e os estados de spin $+1$ e -1 (elétrons com spins paralelos, mais energético) de aproximadamente $5,6 \mu\text{eV}$. Tal energia pode ser fornecida ao sistema pela absorção de um sinal de RF na frequência de $2,87 \text{ GHz}$ ou pela presença de um campo magnetostático de 1027 gauss [12] [8]. Do mesmo modo, o estado 3E possui uma diferença de energia de aproximadamente $2,9 \mu\text{eV}$ entre seus estados de spin.

Quando o centro N-V é excitado óticamente (pico de absorção em aproximadamente 575 nm , conforme a Figura 1.2), o estado fundamental sofre uma transição para o estado excitado 3E . Transições óticas só são permitidas quando o spin é preservado. Uma vez no estado excitado, os elétrons podem voltar para o estado fundamental por um caminho direto, com tempo de vida em torno de 10 ns [17], liberando energia através da fluorescência (lembrando que deve haver, neste caso, conservação do spin total). As fotoemissões possuem uma linha sem fônons em 637 nm ($1,945 \text{ eV}$) [16]. Tal linha apresenta uma banda com fônons acompanhada de emissões de energia mais baixa (até aproximadamente 800 nm). O espectro de absorção e fluorescência em temperatura ambiente está indicado na Figura 1.2.

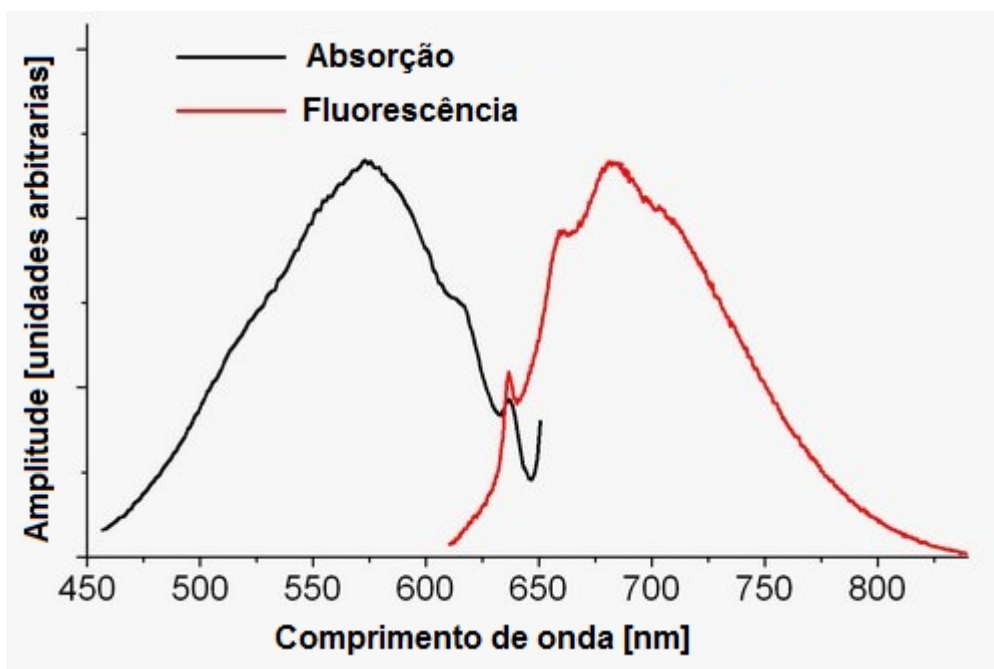


Figura 1.2: Espectro de absorção e fluorescência do centro N-V. Adaptado de [15].

Outra possibilidade de retorno ao estado fundamental é através da passagem por estados intermediários, os quais acredita-se estarem ligados à polarização de spin possível nos centros N-V. Estas transições não envolvem fluorescência. Manson et al. [13] [14] sugerem que tal decaimento não fluorescente possa ocorrer passando apenas por um estado singlete (com apenas um estado quântico de spin permitido) 1A intermediário, o que acabaria gerando a polarização do spin ao retornar ao estado fundamental. Uma vez polarizado, as transições óticas seriam favorecidas, justificando o aumento de 14% na fluorescência após alguns milissegundos de excitação. Já Goss et al. [18] pressupõem a presença de um segundo singlete, 1E , abaixo do nível energético do estado 1A , buscando justificar a alta incidência de transições entre o estado tripleto excitado e o singlete intermediário (da mesma ordem da transição que conserva o spin) e a rápida transição do estado singlete intermediário ao tripleto fundamental (tempo de vida em torno de 300 ns). Exemplos dos níveis energéticos sugeridos estão na Figura 1.3.

Uma vez que as transições não fluorescentes citadas favorecem a polarização do spin, é mantida uma polarização elevada (80% em temperatura ambiente). Assim as transições fluorescentes, que precisam manter o spin total, se tornam mais comuns e predominantes. Neste estado, a alteração da fluorescência pode ser obtida através do favorecimento das transições não fluorescentes descritas anteriormente. Isto pode ocorrer pela aplicação de campos magnéticos, campos elétricos, sinais de RF, stress mecânico nas moléculas, entre outros, permitindo a detecção de uma redução significativa na fluorescência.

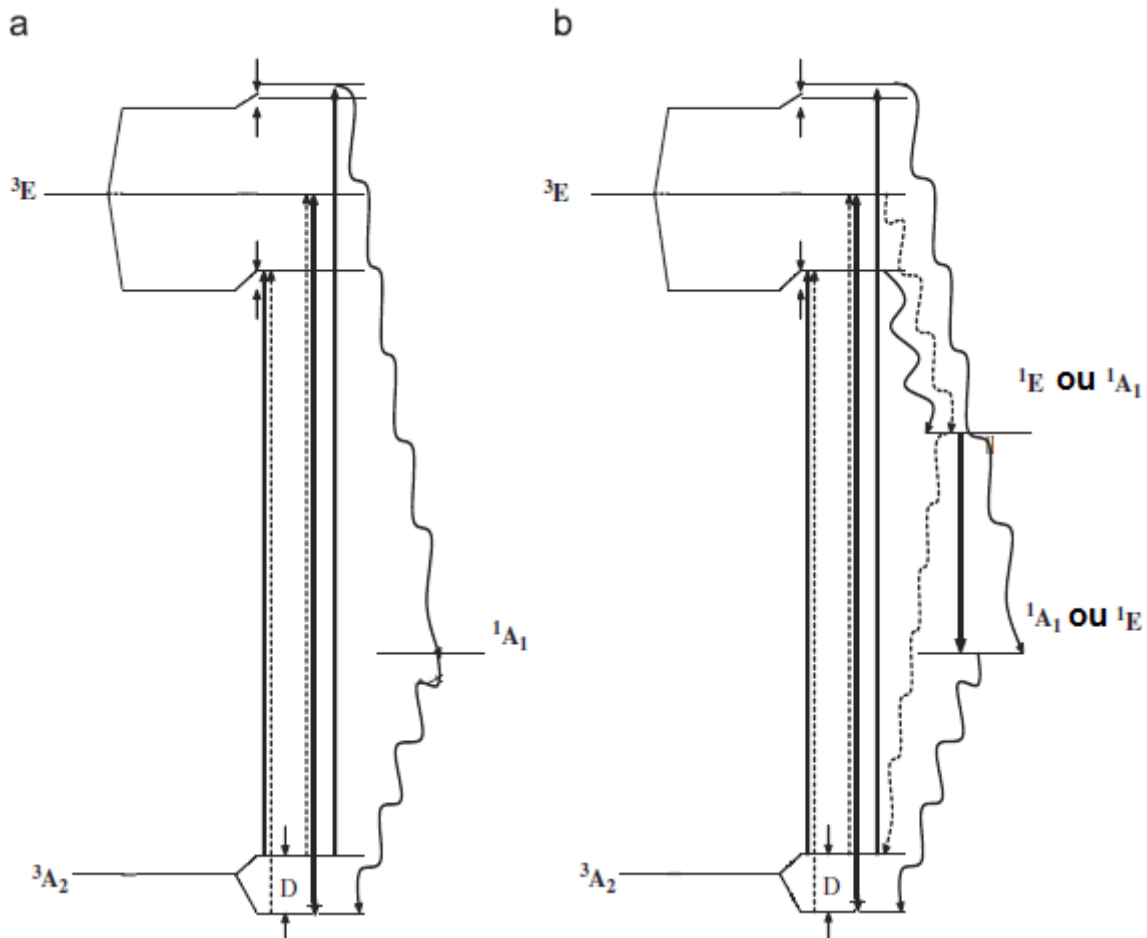


Figura 1.3: Exemplos de níveis energéticos propostos para os centros N-V com (a) um nível intermediário para o decaimento não radioativo e (b) dois níveis intermediários (ainda não há consenso sobre a posição energética deles [14]). Os traços cheios retos representam transições mantendo o spin, os demais traços outros tipos de transições que não serão objeto de estudo detalhado neste texto. Figura adaptada de [14].

Quando, por exemplo, o sistema é exposto a um sinal de RF de 2,87 GHz (cuja absorção corresponde à separação energética entre os estados de spin não nulo e o estado $m_s = 0$), os estados com spin +1 e -1 possuem seus níveis de energia alterados, mas o estado 0 permanece inalterado, pois seu spin resultante é nulo. Deste modo o estado fundamental acaba sendo misturado com outro estado com spin não nulo, pois ambos passam a possuir o mesmo nível de energia. Com isso a polarização em spin não é mais favorecida, pois dois estados de spin passam a possuir o menor nível de energia, e os decaimentos não fluorescentes voltam a ocorrer com mais frequência, sendo percebida uma redução na fluorescência [3].

Na ausência de campos magnéticos os estados de spin +1 e -1 do nível fundamental são degenerados, portanto a redução da fotoemissão é percebida apenas quando da aplicação da frequência de 2,87 GHz citada acima. A degeneração é desfeita quando é aplicado um campo magnetostático externo pois, dependendo da orientação deste campo em relação ao centro N-V e aos spins, uma das polaridades será deslocada para níveis energéticos mais próximos do estado $m_s =$

0 e a outra para níveis de maior energia. Com isso, ao invés de uma só frequência na qual há redução na fluorescência, serão observadas 2 frequências. A separação entre estas frequências é proporcional ao campo magnetostático aplicado no centro N-V (ou seja, proporcional à separação energética entre os estados de spin), valendo aproximadamente 71 kHz/(A/m) [3], [19]. Um exemplo deste fenômeno pode ser observado na Figura 1.4.

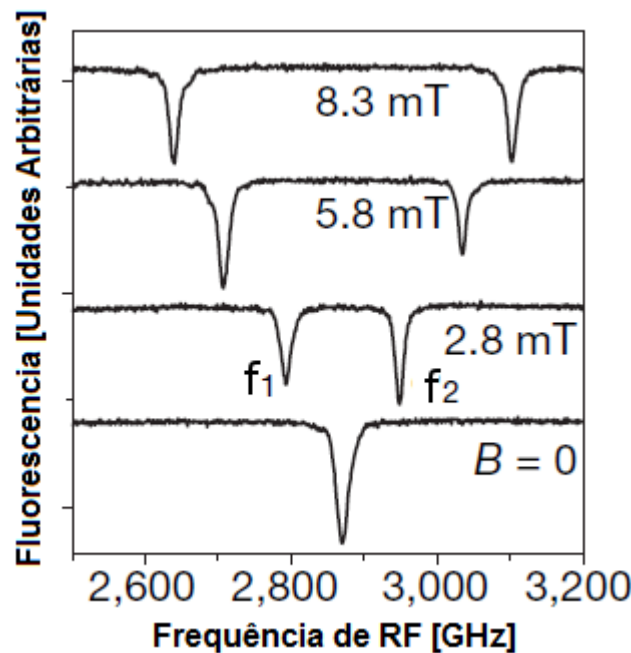


Figura 1.4: Efeito da aplicação simultânea de sinais de RF e de campos magnéticos de amplitudes diversas na fluorescência do centro N-V. f_1 e f_2 correspondem as duas frequências que reduzem a fluorescência quando o centro N-V está submetido a um determinado campo magnético. Adaptado de [3].

Apesar do grande número de artigos publicados recentemente sobre os centros N-V e do grande interesse e aplicabilidade dos mesmos, ainda são necessários muitos estudos e uma modelagem mais fiel para a compreensão profunda dos fenômenos a ele relacionados [14].

1.3 Objetivos

Este trabalho visa ao desenvolvimento de um sistema para aquisição de dados experimentais que auxiliem no entendimento do comportamento da fluorescência dos centros N-V quando submetidos à excitação ótica simultaneamente a sinais de RF e/ou campos magnetostáticos, fornecendo informações para seu uso futuro em aplicações práticas como a magnetometria.

Os objetivos específicos do trabalho são:

- Realização de uma pesquisa bibliográfica sobre a compreensão atual do centro N-V e dos modelos desenvolvidos, especialmente no que diz respeito à interação entre a

fluorescência, campos magnéticos e RF;

- Desenvolvimento de um sistema capaz de focalizar e alinhar uma fonte de excitação óptica (laser) em amostras de diamante. Este sistema deverá possuir pelo menos resolução micrométrica nos três eixos cartesianos, permitindo assim uma varredura nas amostras em busca de regiões onde os fenômenos a serem estudados ocorram com maior magnitude. Tal sistema também deve ser capaz de captar o sinal da fluorescência e separá-lo da excitação;
- Desenvolvimento de um sistema ou método para detectar e medir a resposta fluorescente da amostra e quantificar as alterações na mesma quando em presença de um sinal de RF e/ou campos magnetostáticos.
- Desenvolvimento de um sistema ou método capaz de aplicar sinais de RF na região da amostra, com ajuste da frequência e amplitude.
- Desenvolvimento de um sistema ou método capaz de aplicar um campo magnetoestático na região da amostra, preferencialmente com a possibilidade de alteração da sua direção e magnitude.
- Junção dos sistemas acima citados em um único dispositivo, capaz de realizar todas as tarefas acima citadas de maneira simultânea com a presença da amostra.
- Realização de testes de validação e medidas com o sistema desenvolvido, para obtenção de dados comportamentais dos centros N-V na presença de campos magnetostáticos e de sinais de RF.

1.4 Estrutura da Dissertação

Logo após esta introdução, o segundo capítulo apresenta de maneira resumida e diagramática o sistema desenvolvido como um todo, visando dar mais unidade ao texto e facilitar a compreensão dos capítulos subsequentes. Também é apresentada uma lista resumida de todos os equipamentos usados no projeto. Assim é permitido ao leitor estar ciente do sistema global, da função exata de cada subsistema e de como estes interagem com os demais durante as explicações detalhadas dadas no capítulo 3. Neste capítulo é apresentado em detalhes como cada subsistema foi desenvolvido além de serem fornecidas especificações para os mesmos. Também são apresentados resultados de simulações realizadas para os diversos subsistemas do projeto;

Os resultados das medições efetuadas para averiguar o funcionamento do sistema e das medições com os centros N-V estão no capítulo 4. O último capítulo retoma de maneira resumida os

resultados principais e a contribuição deste trabalho para o estudo dos centros N-V. Ele também apresenta sugestões de trabalhos a serem realizados para superar dificuldades encontradas ou para permitir melhor compreensão de fenômenos ainda não explicados acerca do tema.

2 SISTEMA PROPOSTO

2.1 Descrição geral do sistema

O sistema desenvolvido, inspirado no sistema utilizado por Maze et al [8], visa permitir a aplicação simultânea de excitação luminosa, sinais de RF e campos magnetoestáticos em amostras de diamantes nas quais haja a presença de centros N-V. Um diagrama em blocos do sistema está na Figura 3.27.

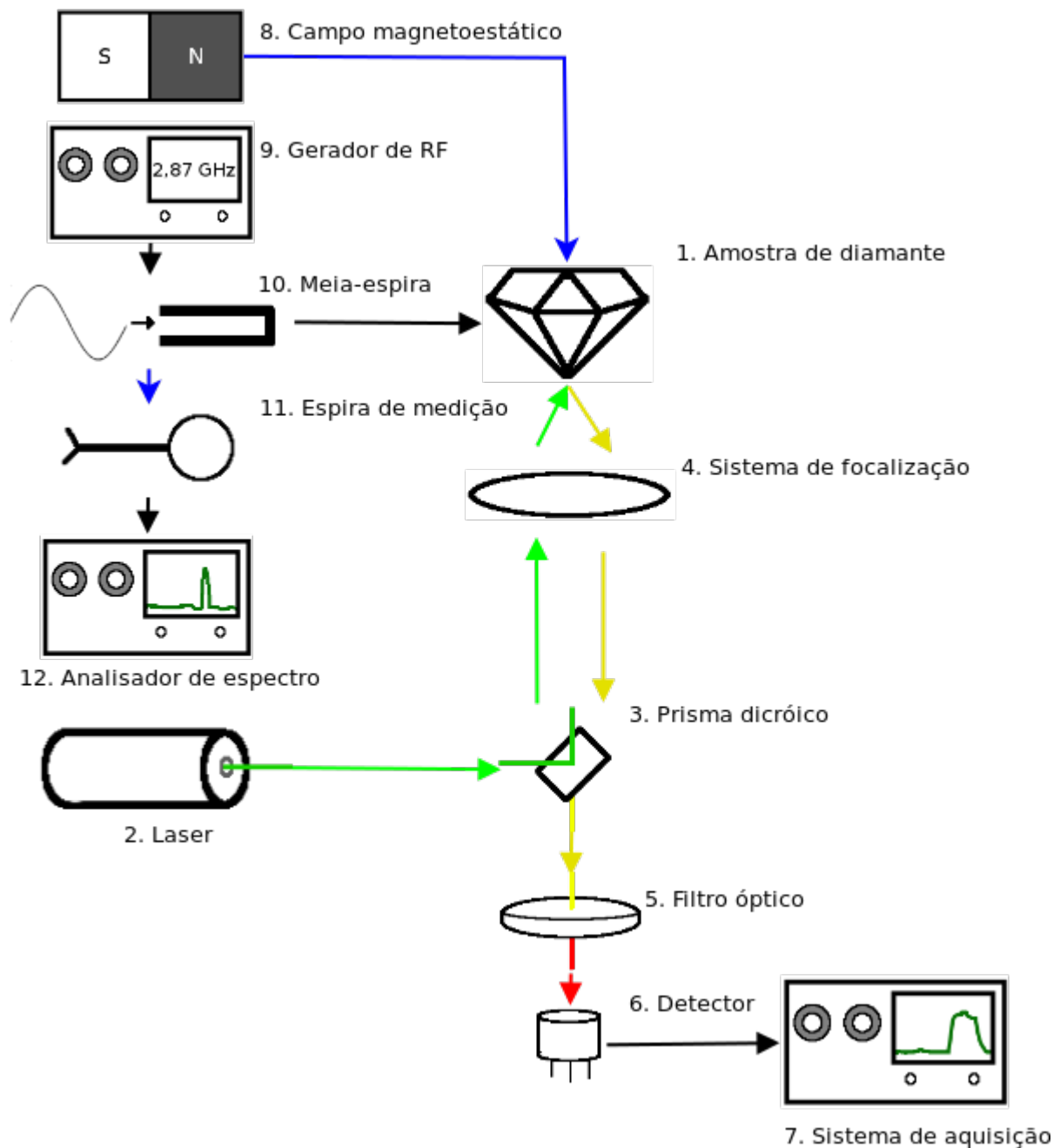


Figura 2.1: Diagrama em blocos do sistema desenvolvido. As setas verdes representam o laser (532 nm), as amarelas o sinal de fluorescência juntamente com o laser e as vermelhas apenas a fluorescência (aproximadamente 600 à 800 nm). Setas azuis representam acoplamentos eletromagnéticos.

Para facilitar a compreensão do sistema como um todo, abaixo será feita uma descrição resumida de cada um dos componentes principais apresentados na Figura 2.1.

1. **Amostras de diamante:** Várias amostras foram utilizadas no decorrer do projeto. Dentre elas estão amostras de diamante bruto de tamanho micrométrico e cores variadas (a maioria rosa) e nanocristais retirados de um líquido de polimento. As amostras são posicionadas sobre uma placa de circuito impresso, próximo ao ponto focal da lente do sistema de focalização (4).

2. **Excitação luminosa:** Um diodo laser é utilizado para excitar os Centros N-V. Seu comprimento de onda é 532 nm [20], próximo ao pico de absorção dos centros N-V [13]. Tal laser está posicionado de maneira que a excitação luminosa incida perpendicularmente ao plano sobre o qual ficam posicionadas as amostras. O feixe de luz laser é representado no diagrama da Figura 2.1 pelas setas verdes.

3. **Prisma:** Um prisma dicróico é responsável por desviar o feixe de laser em 90 graus, deixando o sinal de fluorescência passar inalterado. Isto é importante para facilitar a separação do sinal de excitação da resposta fluorescente da amostra. A resposta deste filtro, fornecida pelo fabricante, é mostrada no ANEXO A.

4. **Sistema de focalização:** O sistema de focalização é responsável por concentrar o feixe do laser de excitação na amostra. Deste modo há pouco desperdício de potência luminosa em regiões fora da área medida e a densidade de potência de excitação na região medida é aumentada, reduzindo a potência de saída necessária no laser. Este sistema também torna o sinal de fluorescência um feixe de raios aproximadamente paralelos, pois a região medida está no ponto focal da lente. Isto permite que uma potência maior do sinal chegue ao detector (6). Para realizar estas tarefas, o sistema de focalização possui uma lente cuja posição pode ser controlada para focalizar diversos pontos na amostra, podendo-se efetuar uma varredura da mesma. Deste modo, é possível tanto a criação de imagens confocais de fluorescência como a seleção de regiões com características de fluorescência desejadas.

5. **Filtro óptico:** O filtro óptico é responsável por deixar passar para o fotodetector o sinal da fluorescência e eliminar o o feixe direto do laser, que não é totalmente desviado pelo prisma dicróico (3), melhorando a relação sinal ruído da medida. A resposta do filtro, fornecida pelo fabricante, é mostrada no ANEXO A. No diagrama da Figura 2.1, o sinal da fluorescência em conjunto com o sinal de excitação é mostrado por setas amarelas e o sinal da fluorescência sem a presença de sinais remanentes de excitação por setas

vermelhas.

6. Fotodetector de fluorescência: O fotodetector converte o sinal luminoso da fluorescência em um sinal elétrico que pode ser medido pelo sistema de aquisição (7). Foram utilizados dois detectores no decorrer do projeto. O principal é composto por um fotodiodo avalanche e um amplificador de transcondutância. É usado para medir a resposta fluorescente na presença de sinais magnéticos na amostra. O outro, composto de um espectrofotômetro, foi utilizado para medir o espectro da fluorescência das amostras.

7. Sistema de aquisição: O sistema de aquisição converte o sinal elétrico em um arquivo de pontos, armazenando a forma de onda do sinal da fluorescência. Ele pode ser sincronizado com o gerador de RF, permitindo a detecção da fluorescência em função da frequência do sinal de RF aplicado.

8. Campos magnetostáticos: O sistema para aplicação de campos magnetoestáticos consiste em um suporte móvel sobre o qual são colocados ímãs permanentes. A distância entre os ímãs e a região da amostra pode ser alterada através de um parafuso, permitindo a alteração da magnitude do campo magnetoestático. Os ímãs podem ser posicionados com qualquer um dos polos na direção da amostra, permitindo assim a alteração do sentido do campo.

9. Gerador de RF: O gerador de RF fornece a excitação de rádio frequência na região da amostra, permitindo o controle de sua frequência e amplitude. Ele está acoplado a um amplificador de potência que permite uma saída máxima de 30 dBm numa carga de 50 Ω .

10. Meia-espira de aplicação de RF: A meia-espira foi projetada para maximizar o campo magnético devido ao sinal de RF na região da amostra. Ela foi produzida sobre a mesma placa de circuito impresso na qual as amostras são posicionadas, mantendo a menor distância possível entre elas e a meia-espira.

11. Espira de medição: A espira de medição permite a aquisição do sinal de RF na região da amostra. Isto permite a medição do campo magnético devido ao sinal de RF simultaneamente com a medida de fluorescência, bem como o levantamento de características da meia-espira (10). Um analisador de espectros é usado em conjunto com a espira de medição para confirmação da presença de sinal de RF na região da amostra durante as medidas da fluorescência.

Como os dispositivos de aplicação dos estímulos são independentes entre si, é possível a aplicação separada ou simultânea de cada um destes estímulos, permitindo o estudo do

comportamento dos centros sob diferentes condições. Conforme descrito anteriormente no Capítulo 1, a presença de um campo magnetoestático altera as frequências nas quais ocorrem os mínimos de fluorescência, podendo-se usar este sistema para estudar como tal interação ocorre. Com o estudo da variação da intensidade do sinal da fluorescência sob a influência dos campos magnetoestático e de RF, um dispositivo de magnetometria com resolução espacial nanométrica poderá ser desenvolvido futuramente.

2.2 Principais Componentes e Materiais

A seguir estão listados os componentes e instrumentos utilizados em cada parte do sistema descrito, bem como suas características principais. A descrição detalhada da construção e uso dos dispositivos será feita no Capítulo 3.

1. Excitação óptica:

- Diodo laser com comprimento de onda de 532 nm e potência máxima de 100 mW.

2. Sistema de focalização:

- Lente retirada de leitor de DVD, abertura numérica de 0,8;
- Motor linear para focalização e posicionamento da lente, retirado de leitor de DVD, deslocamento total horizontal de 1,70 mm, com sensibilidade de 1,51 mm/V, deslocamento total vertical de 0,8 mm, com sensibilidade de 1,33 mm/V. Controle da posição feita pela aplicação de correntes DC.
- Prisma dicróico Chroma, modelo Z532rdc, ângulo de incidência de 45°;
- Filtro óptico Chroma, modelo HQ605LP, ângulo de incidência de 90°;
- WebCam Sledgers modelo Sn9C102.

3. Amostras de Diamante:

- Diamantes artificiais transparentes, tamanhos variados (ordem de micrômetros), colados em filme plástico flexível;
- Diamantes naturais cor-de-rosa, diâmetro aproximado de 0,8 mm;
- Diamantes naturais, colorações variadas (transparentes, rosas, azuis), tamanhos variados (entre 1 e 2 mm);
- Fragmentos de diamante natural rosa, tamanhos variados (ordem de centenas de micrômetros).

4. Excitação de RF:

- Gerador de RF Agilent Technologies, modelo E4432B, 250 kHz a 3 GHz, potência máxima de saída de 13 dBm;
- Gerador de RF Hewlett-Packard, modelo 8672A, 2 GHz a 18 GHz, potência máxima de saída de 10 dBm.
- Meia-espira em forma de U feita em placa de circuito impresso (FR4);
- Amplificador de RF M/A-Com Microwave Power Devices inc, modelo LWA 2040-1 com ganho de 30 dB, potência máxima de saída de 30 dBm, de 2 a 4 GHz.

5. Medição de RF:

- Espira feita de fio de cobre esmaltado, diâmetro aproximado de 150 μm ;
- Analisador de espectro Spectran modelo HF 4040;
- Analisador de redes vetorial Anritsu 37369C.

6. Aplicação de campos magnetoestáticos:

- Ímãs permanentes cilíndricos de NdFeB, altura de 5,37 mm e diâmetro de 9mm.

7. Medição de campos magnetoestáticos:

- Sensor de Efeito Hall Honeywell SS94A1F.

8. Medição do sinal de Fluorescência:

- Espectrômetro Ocean Optics Inc, modelo USB2000;
- Fotodiodo avalanche Hamamatsu, modelo S5343;
- Fonte de alta tensão Matsusada precision, modelo TR-0.2P;
- Amplificador de transcondutância com ganho de 22 kV/A;
- Osciloscópio digital Lecroy modelo Waverunner LT584;
- Analisador de parâmetros de semicondutores Agilent Technologies modelo 4155C.

9. Testes do sistema:

- Analisador de redes Hewlett Packard, modelo 3577A (5 Hz – 200 MHz).

3 DESENVOLVIMENTO

Neste capítulo serão descritos em detalhes os componentes do sistema montado, a metodologia e os procedimentos utilizados para sua construção. Também será apresentada a metodologia utilizada nos testes realizados para averiguar seu funcionamento.

3.1 Amostras de Diamante

Durante o projeto foram utilizados diamantes maciços de tamanhos variados (da ordem de milímetros). Dentre estes diamantes haviam alguns transparentes, mas também estavam disponíveis amostras na cor rosa, amarela e azul. A coloração do diamante está intimamente ligada ao tipo e à concentração de impurezas no mesmo. Espera-se que diamantes rosa possuam presença de grande quantidade de centros N-V [3]. Devido a isso, e para permitir a inserção de uma das amostras na cor rosa no interior da bobina de aplicação de RF, um dos diamantes rosa foi fragmentado com um alicate. Os fragmentos, de tamanhos submilimétricos variados, foram guardados e utilizados em algumas medições. A Figura 3.1 apresenta algumas das amostras utilizadas durante o projeto.

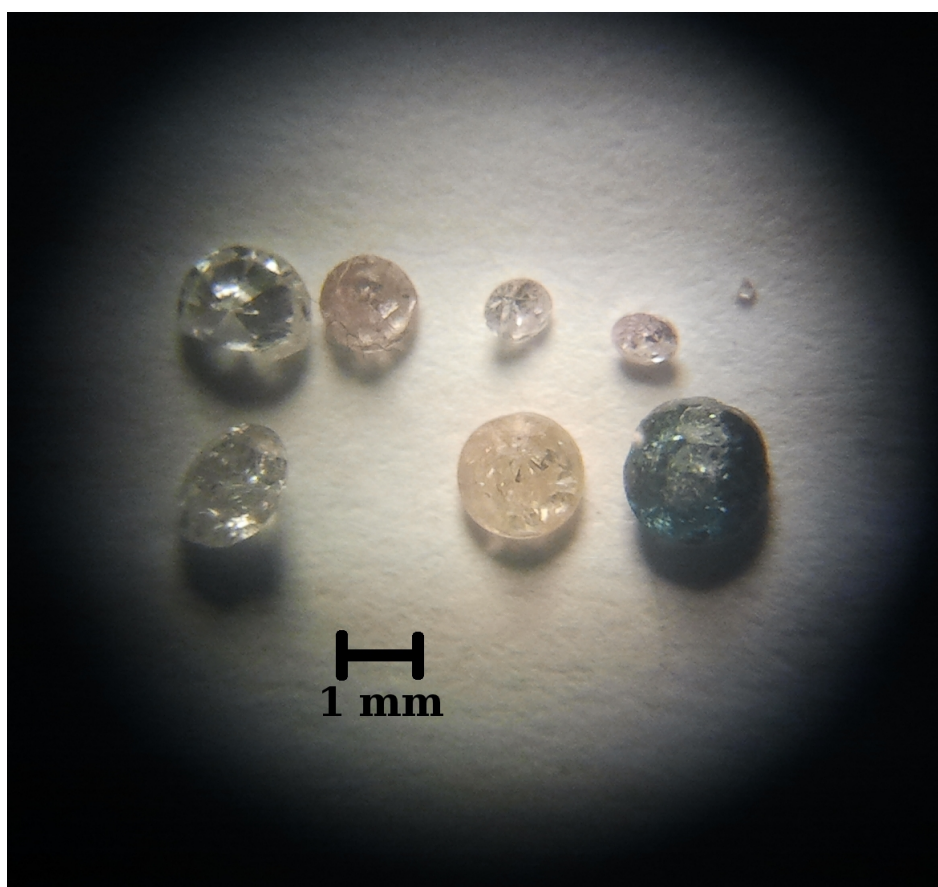


Figura 3.1: Foto ampliada no microscópio de amostras de diamante utilizadas durante o projeto. Pode-se perceber na figura amostras transparentes, rosas, uma amostra amarelada e uma azul. No canto superior direito está um dos fragmentos de diamante rosa utilizados.

Sabe-se que o alto índice de refração do diamante dificulta a detecção da fluorescência em diamantes brutos, fato que pode ser parcialmente contornado pela utilização de nanocristais [16]. Utilizou-se então lixas com cristais micro e submicrométricos de diamante nas medições (granulosidades médias nominais de 3 e 0,3 μm), permitindo verificar a diferença de fluorescência detectável em relação aos diamantes maciços. Uma foto de parte da lixa usada é apresentada na Figura 3.2. Além das amostras provenientes das lixas, utilizou-se também nanocristais de diamante retirados de um líquido de polimento. Gotas do produto foram colocadas sobre uma lamínula de vidro e secadas à temperatura ambiente, até todo o solvente evaporar, resultando num aglomerado de nanocristais de diamante.

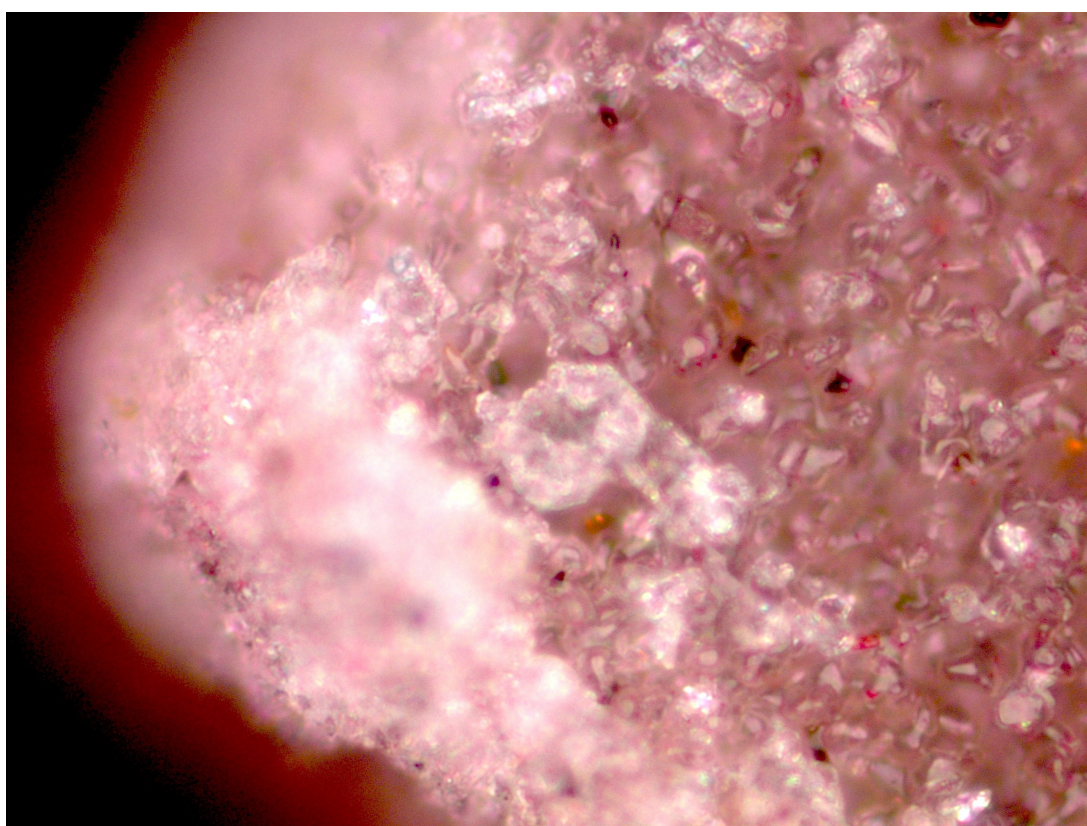


Figura 3.2: Imagem ampliada da lixa de diamante usada em algumas medições, com granulosidade média nominal de 3 μm . A coloração rosa é devido a base plástica da lixa. A ampliação óptica utilizada nesta imagem é de 50 vezes.

3.2 Detectores de Fluorescência

Para as medições da fluorescência, além de um espectrômetro (Ocean Optics Inc, modelo USB2000) o projeto utilizou um fotodiodo avalanche (Hamamatsu, S5343). O uso do fotodiodo em conjunto com um osciloscópio ou outro instrumento de medição de tensão em função do tempo possibilita o sincronismo da medida da fluorescência com o sinal de varredura em frequência do gerador de RF. Isto facilita a visualização dos pontos de mínima intensidade de fluorescência

durante varreduras no espectro de frequência, o que não é possível com o uso do espectrômetro.

O fotodiodo avalanche possui um ganho interno devido ao efeito de multiplicação dos portadores gerados na junção PN reversamente polarizada, conferindo um ganho adicional em relação aos fotodiodos convencionais. Este ganho é denominado fator de multiplicação (representado pela letra M) e é função da tensão de polarização reversa e da temperatura da junção. O espectro de sensibilidade do fotodiodo S5343 é mostrado na Figura 3.3 para alguns valores do fator de multiplicação de portadores M . Pode-se observar que na região de interesse (600 a 700 nm) e com $M=50$ (que corresponde a uma tensão de polarização reversa $V_r = 150$ V), a sensibilidade média é da ordem de 23 A/W.

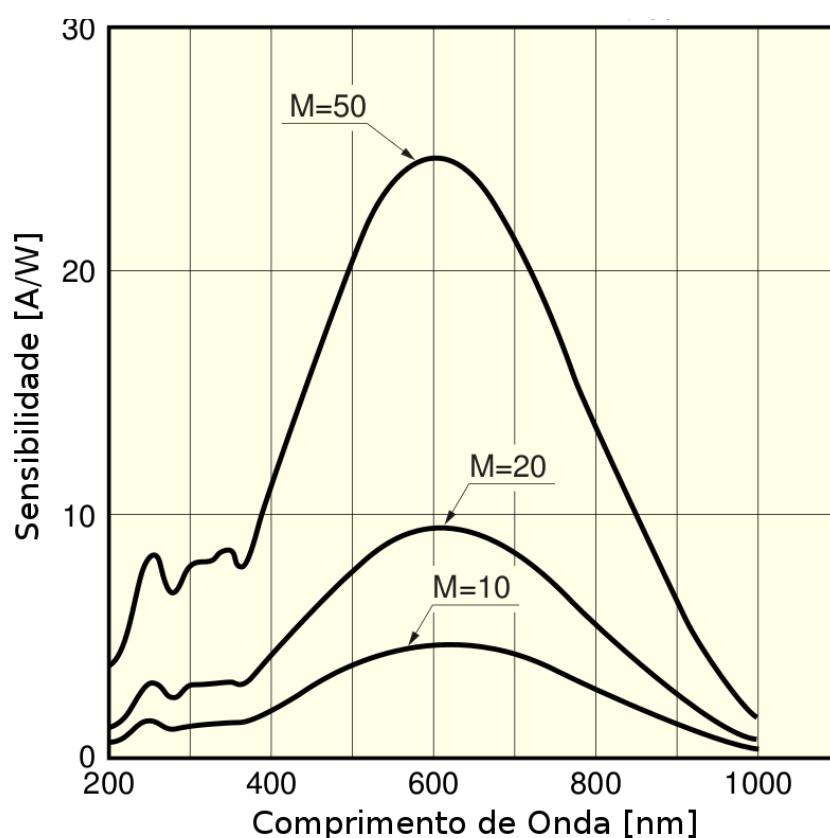


Figura 3.3: Espectro de sensibilidade do fotodiodo Hamamatsu S5343 para fatores de multiplicação de portadores $M=10$, 20 e 50.

Para amplificação da corrente do fotodiodo, foi projetado um amplificador de transcondutância com dois estágios usando amplificadores operacionais. O Amp-Op inicialmente escolhido foi o THD3202D, baseado na sua banda passante de 2 GHz que poderia permitir eventuais medidas da fluorescência com aplicação de pulsos de excitação (óticos ou de RF). A malha de realimentação dos Amp-Ops foi escolhida baseada numa simulação feita em PSPICE do circuito, utilizando o modelo do Amp-Op fornecido pelo fabricante. Tal simulação buscava otimizar a largura de banda do amplificador e manter o ganho o mais constante possível. O circuito

esquemático da parte principal do amplificador montado está na Figura 3.4.

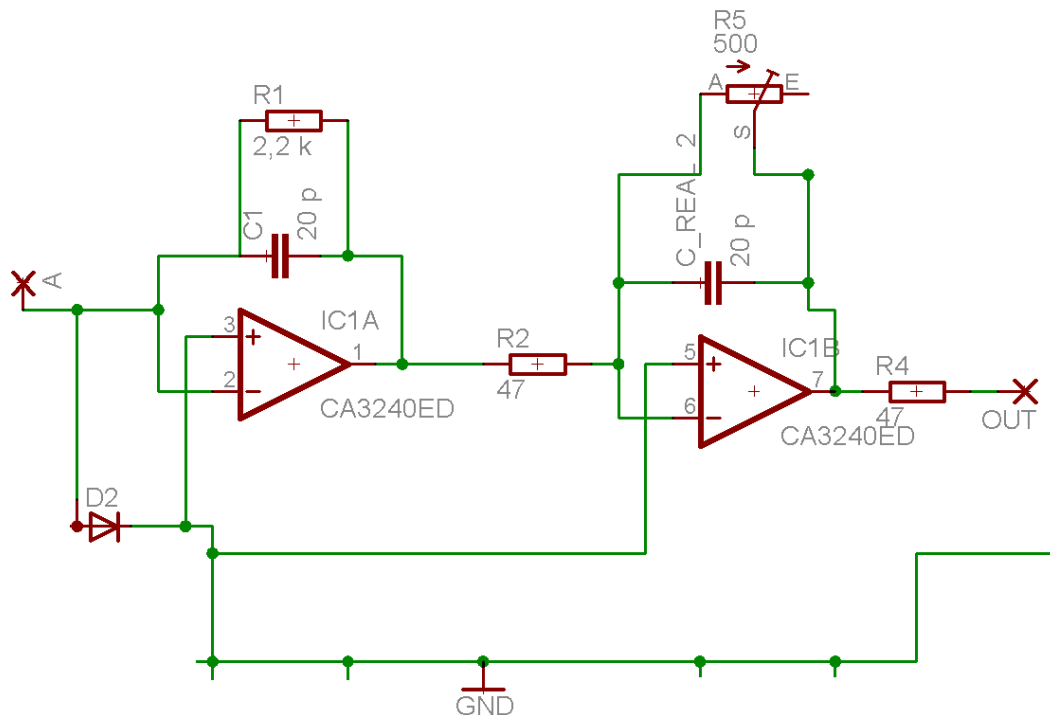


Figura 3.4: Parte principal do amplificador para o fotodiodo. O ponto “A” corresponde ao local de conexão do anodo do fotodiodo avalanche.

O ganho de transcondutância do primeiro estágio na faixa de passagem é dado pelo valor de $R1$, ou seja 2200 V/A . O ganho de tensão do segundo estágio pode ser alterado através do potenciômetro $R5$, para valores de 0 a aproximadamente 10 V/V . Tendo em vista a sensibilidade média do fotodiodo de 23 A/W , tem-se um ganho óptico-elétrico final de aproximadamente $5 \cdot 10^5 \text{ V/W}$.

Para o projeto da placa de circuito impresso do amplificador do fotodiodo também foi utilizado o software EAGLE. O desenho da placa está no ANEXO D.

Durante os testes, o amplificador apresentou uma instabilidade na resposta (oscilação) mesmo na ausência de luminosidade na entrada. A medição da resposta em frequência do amplificador isolado do fotodiodo revelou ganhos superiores ao projetado em diversas frequências, acima de 10 MHz , como pode ser observado na Figura 3.5. Este comportamento pode ter surgido devido a elementos parasitas do circuito (indutâncias e capacitâncias), apesar de terem sido tomados cuidados na filtragem da alimentação e no desenho da placa.

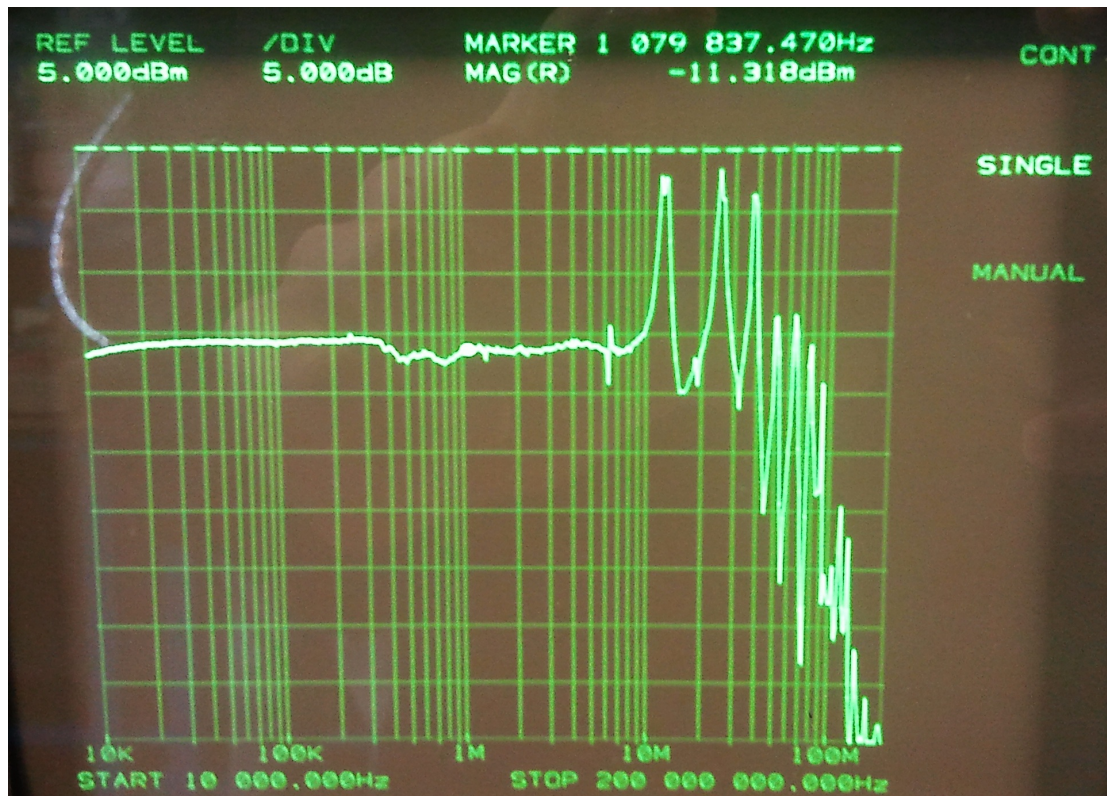


Figura 3.5: Resposta medida da versão inicial do amplificador para o fotodiodo. As oscilações nas frequências mais elevadas estavam causando problemas de estabilidade no amplificador.

Uma tentativa de solucionar as oscilações em altas frequências foi realizada com a alteração dos capacitores de realimentação, porém sem sucesso. Decidiu-se então substituir o Amp-Op por outro com banda passante inferior (OPA 2350, produto ganho banda de 38 MHz). A resposta em frequência obtida foi satisfatória (Figura 3.6), apesar da banda passante final estar limitada em 2,7 MHz.

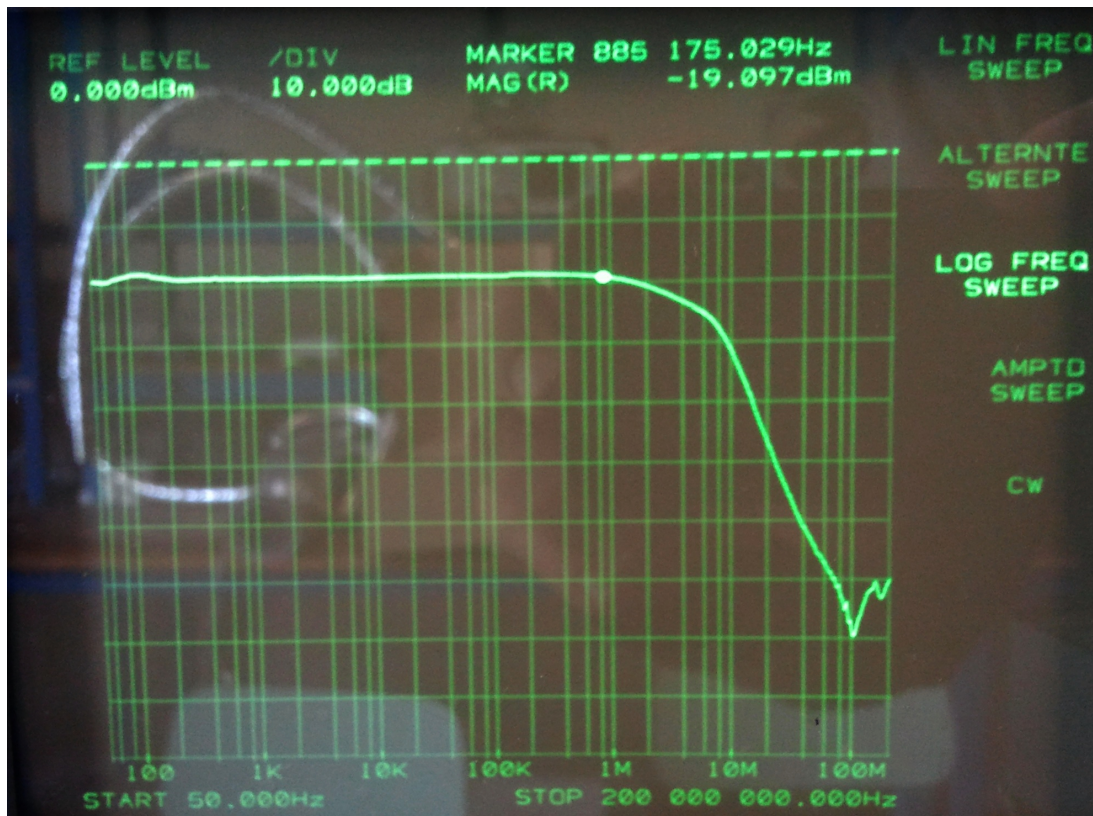


Figura 3.6: Resposta da última versão do amplificador para o fotodiodo. A potência aplicada na entrada era de -40 dBm. O ganho no primeiro estágio foi reduzido para 1 pela adição de um resistor em série, para permitir o uso deste equipamento de medida.

3.3 Diodo laser

O diodo laser utilizado apresenta potência máxima nominal de 100 mW e comprimento de onda de 532 nm. A potência elétrica consumida pelo laser é de aproximadamente 1,5 W. Nas etapas iniciais do projeto, foi efetuada uma medida do espectro da fluorescência sem o sistema de focalização, apenas para verificar se era possível sua detecção. Os filtros ópticos ainda não estavam disponíveis nesta etapa devido ao longo tempo para entrega, portanto foi utilizado um filtro improvisado com plástico semitransparente vermelho. Porém nesta medição foi detectado um pico de sinal inesperado em 809 nm, como pode ser observado na Figura 3.7.

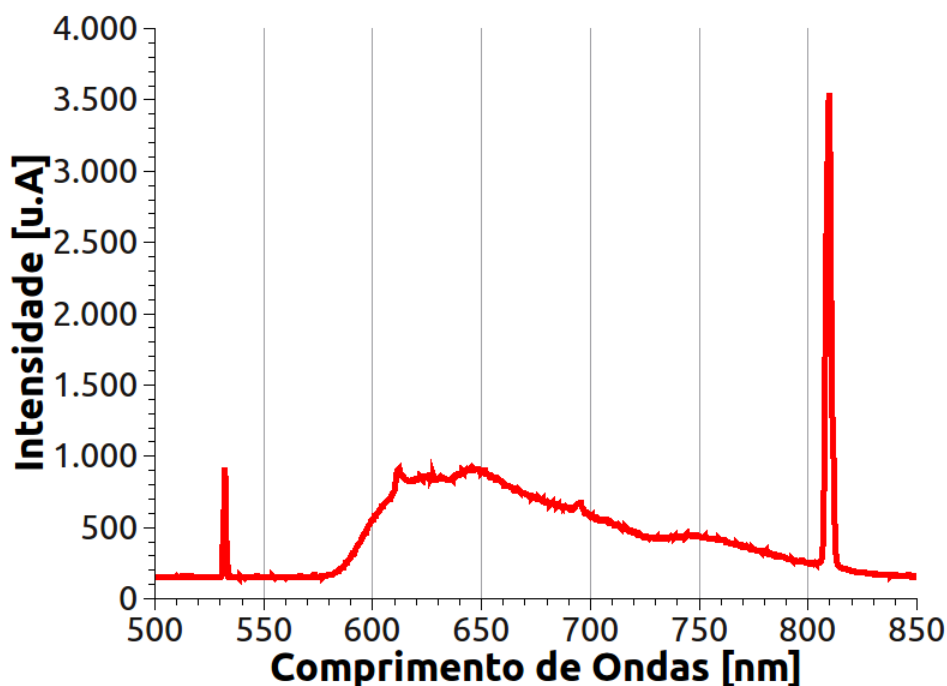


Figura 3.7: Medição inicial feita para verificação da fluorescência sem a focalização. Além do sinal da fluorescência aproximadamente entre 600 e 750 nm, pode-se perceber um pico em 532 nm, advindo do diodo laser (o filtro usado aqui é improvisado) e outro em 809 nm.

Foram então efetuadas medidas do espectro do diodo laser, para verificar se este pico não advinha de uma emissão secundária indesejada. Quando o laser era apontado diretamente para o medidor, mesmo com o filtro improvisado, a potência no comprimento de onda de 532 nm acabava saturando a medida. Utilizou-se então um plástico opaco em conjunto com o plástico vermelho já citado para atenuar a emissão verde do diodo laser. O resultado indicou que realmente existe uma emissão do diodo laser em 809 nm.

Esta emissão não seria filtrada nem pelo prisma dicróico nem pelo filtro óptico a ser colocado na entrada do detector, pois eles haviam sido projetados para desviar e filtrar o comprimento de 532 nm. Como tais emissões prejudicariam a detecção do sinal da fluorescência, optou-se por utilizar um filtro adicional para eliminá-las já na saída do diodo laser. Para evitar a compra de mais um filtro e os prazos de entrega grandes, este filtro foi retirado de um leitor de DVD, pois sabe-se que este equipamento também precisa de filtragem de comprimentos de ondas nesta faixa.

A transmissividade do filtro escolhido foi medida, como mostrado na Figura 3.8. Para esta medição, foi utilizado um espectrofotômetro em conjunto com uma lâmpada incandescente (emissão de um amplo espectro de comprimentos de onda). O espectrofotômetro foi calibrado medindo a emissão da lâmpada incandescente. Então o filtro foi inserido entre a lâmpada e o

espectrofotômetro, sendo a transmissividade do filtro a diferença entre estas medidas. Este tipo de medida de transmissividade já está presente nas rotinas predefinidas no software do espectrofotômetro.

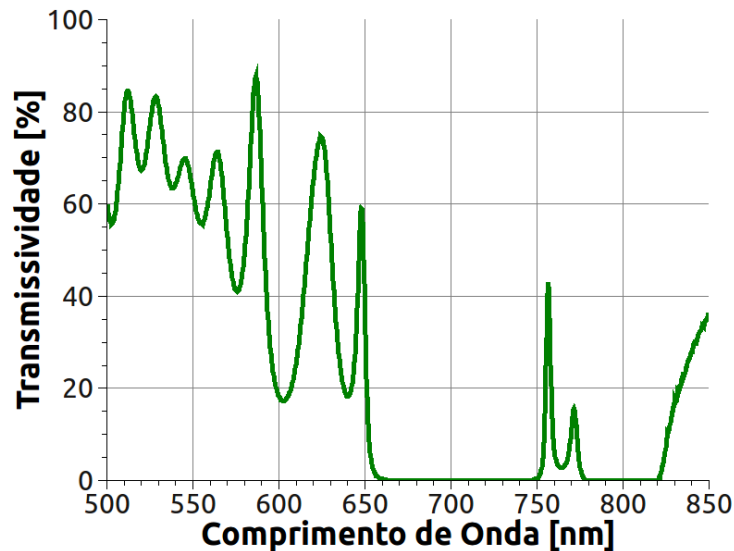


Figura 3.8: Resposta do filtro retirado de um DVD.

Pode-se perceber que ele apresenta transmissão superior a 70% no comprimento de onda desejado e elimina quase totalmente o sinal no comprimento de onda de 809 nm. Com isto, o filtro foi considerado adequado e foi colado na saída do diodo laser, eliminando a emissão indesejada.

Durante os testes iniciais de focalização utilizou-se a potência máxima do diodo laser (100 mW). Porém, esta potência focalizada acabou por fundir a placa de circuito impresso como mostrado na Figura 3.9, tornando inviável a utilização do diodo laser desta maneira no sistema atual. Foi utilizado um ajuste do próprio circuito de controle da corrente do diodo laser (*trimpot*) para reduzir a potência luminosa de saída. A potência elétrica utilizada nas medições finais foi de 690 mW o que resultou numa potência óptica de aproximadamente 25 mW.

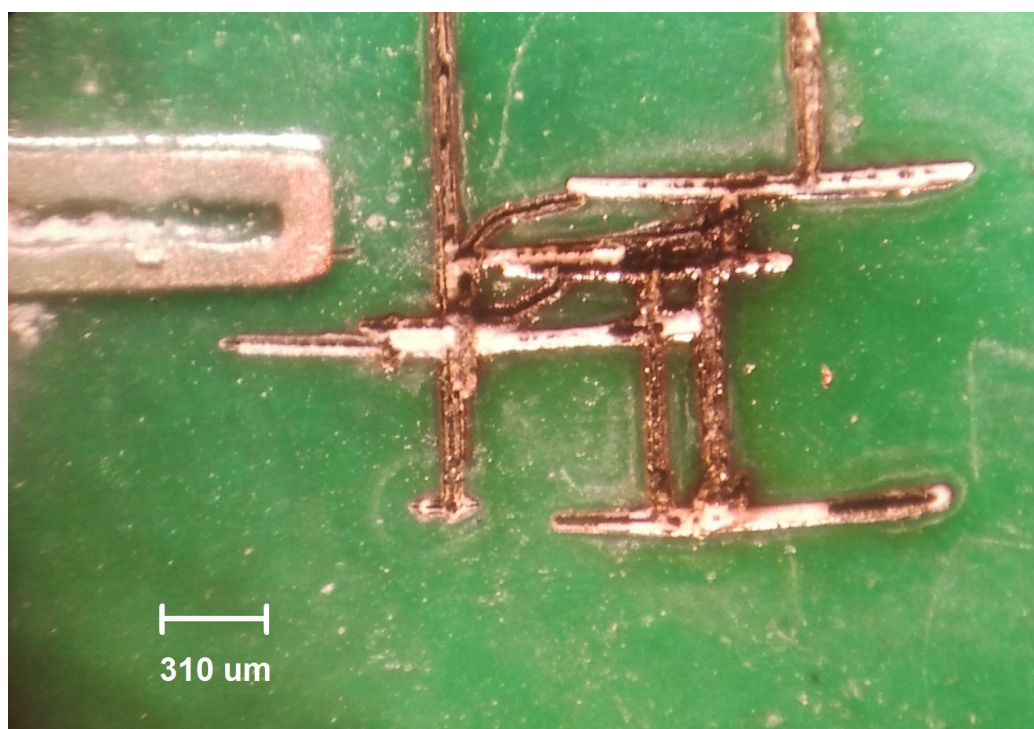


Figura 3.9: Trechos da placa que foram fundidos devido à focalização do laser quando utilizada a potência total de saída (100 mW nominal). O sistema de focalização estava em teste e a posição de foco foi alterada, criando as linhas fundidas visíveis na imagem.

Para garantir o alinhamento do diodo laser, ele foi colado com epóxi na mesma base metálica do sistema de focalização. Seu feixe é desviado por um espelho de alumínio com incidência em 45 graus para o prisma dicróico, sendo então desviado para a lente e para a amostra.

Durante algumas medições percebeu-se que o diodo laser estava sofrendo modulação da sua amplitude quando eram aplicados sinais de RF nas amostras. Provavelmente os sinais de RF estavam induzindo tensões no circuito de controle da corrente do diodo laser, alterando assim sua potência luminosa. Foi então feita uma blindagem eletromagnética para o circuito de controle do diodo laser na forma de uma folha de cobre cobrindo todo o circuito. Foi deixada apenas uma entrada circular para passagem dos cabos de alimentação. O problema foi minimizado, mas a interferência continuou significativa impossibilitando a realização das medidas confiáveis. Uma análise mais detalhada do circuito de controle do diodo laser identificou que o mesmo não possuía nenhuma filtragem na entrada da alimentação. Desta maneira foram inseridos dois capacitores (100 nF e 1 μ F) de filtro na alimentação, o que eliminou a interferência dos sinais de RF na potência de saída do diodo laser.

Como o diodo laser utilizado não possui realimentação da potência luminosa para controle da corrente de excitação, decidiu-se fixar um segundo fotodiodo na mesma base do sistema para verificar eventuais variações da potência do diodo laser durante as medidas. Para isso foi aproveitada uma parte do sinal do diodo laser que o prisma dicróico não consegue desviar em

direção à amostra. Como a potência recebida pelo fotodiodo é elevada, não foi necessária amplificação do sinal de saída, sendo utilizado apenas uma polarização reversa de 5 V e um resistor de 18 k Ω . Desta forma, as aquisições realizadas medem simultaneamente o sinal da fluorescência e a intensidade do diodo laser, de modo a possibilitar uma normalização e minimizar erros de medida.

3.4 Sistema de Focalização

O sistema de focalização desenvolvido foi baseado nos sistemas utilizados em leitores de CD e DVD para focalizar o feixe de laser nas trilhas do disco. A parte principal do sistema consiste em um motor linear do tipo galvanômetro que permite o deslocamento de uma lente em 2 eixos a partir de uma corrente elétrica aplicada em seu conjunto de bobinas imersas em um campo magnetoestático. Uma lente plástica com 5 mm de diâmetro e abertura numérica de 0,8 é acoplada ao conjunto de bobinas, o que permite a movimentação da mesma lateralmente (eixo x, contido no plano da lente) e verticalmente (eixo z, perpendicular ao plano da lente) para focalização. Este motor apresenta deslocamento máximo no eixo x de 1,70 mm com sensibilidade de 1,51 mm/V e deslocamento no eixo z de 0,8 mm com sensibilidade de 1,33 mm/V.

Com relação à posição final da lente, estes eixos são similares ao sistema de eixos utilizado nas simulações do capítulo 3.5.4 (por exemplo na Figura 3.25). O conjunto motor-lente foi colado numa base metálica, a qual foi inserida num eixo (paralelo ao eixo y) no sistema final. Este eixo permite deslocamento da peça no eixo y e rotação em torno dele. Como já citado, a base metálica é a mesma na qual o Laser está fixado.

O deslocamento da lente acoplada ao motor linear é controlado através da aplicação de uma tensão nos terminais das bobinas, fornecida por um Analisador de parâmetros de semicondutores Agilent Technologies, modelo 4155C. Consegue-se desta maneira uma resolução espacial da lente de 151 nm no eixo x e de 133 nm no eixo z.

Como a amplitude total do deslocamento deste sistema é limitada, utilizou-se sistemas auxiliares para permitir deslocamentos grosseiros de maior amplitude. No eixo x, utilizou-se uma fenda nos parafusos de fixação que permite o deslizamento da placa na qual a amostra encontra-se posicionada. Desta maneira pode-se obter uma variação de até 5 mm na posição no eixo x da amostra, permitindo seu posicionamento dentro da faixa de ajuste fino. No eixo z (eixo de focalização da lente) foi utilizado um sistema com parafuso e mola, que efetua uma rotação do conjunto em torno do seu eixo de fixação e como consequência possibilita um deslocamento de aproximadamente 5 mm no eixo z. O ajuste fino da focalização é proporcionado pelo motor linear.

Para conseguir também ajuste no eixo y, indisponível no sistema do DVD, utilizou-se um

sistema com um parafuso e uma mola. Esta mola foi inserida no mesmo eixo de fixação da base metálica no sistema, abaixo dele. Assim, de modo similar ao feito no eixo z, a mola comprime a base metálica do sistema contra o parafuso. O parafuso utilizado possibilita deslocamento máximo da ordem de 3 mm e sensibilidade de 400 μm por volta. A movimentação deste parafuso é feita manualmente. Para melhorar a precisão dos movimentos foi fixada uma engrenagem com 50 dentes na cabeça do parafuso. O alinhamento dos dentes com uma chapa metálica fina, presa na base e usada como referência, permite deslocamentos de aproximadamente 8 μm a cada passo. O diagrama da Figura 3.10 resume as informações de movimentação do sistema de focalização.

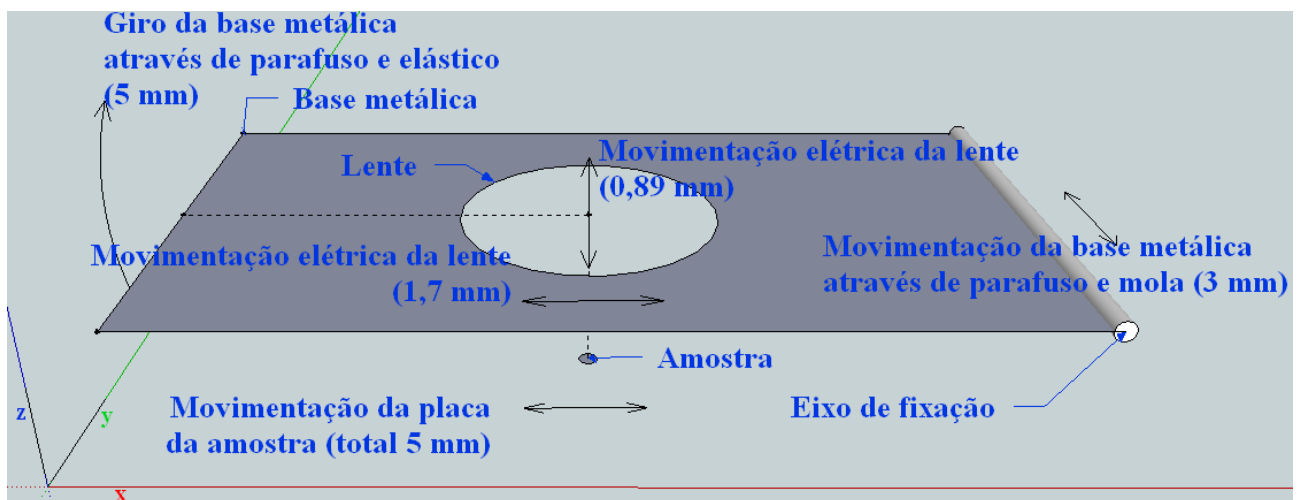


Figura 3.10: Diagrama mostrando as movimentações possíveis do sistema de focalização.

Para facilitar a focalização com o sistema totalmente montado, colocou-se um par de LEDs no motor de focalização, iluminando a região da amostra. Uma fotografia do conjunto motor-lente com os LEDs acesos é mostrado na Figura 3.11.

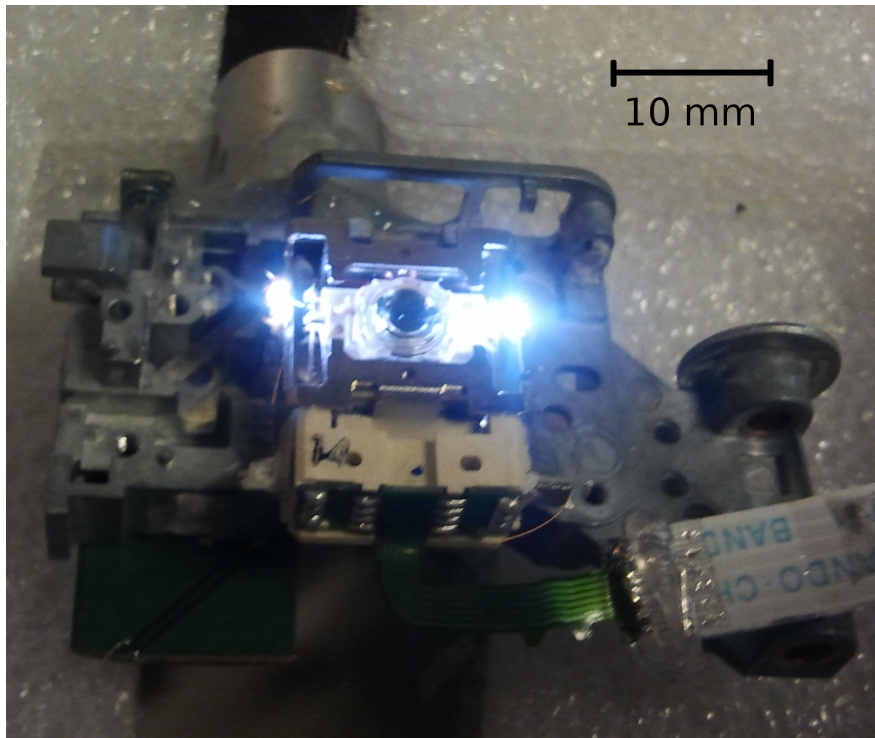


Figura 3.11: Foto da parte principal do sistema de focalização. Pode-se perceber a lente, fixada no motor do DVD, no centro da imagem. Os LEDs de iluminação estão ligados nas laterais do motor. A base metálica pode ser visualizada, com o vão para inserção no eixo de fixação na lateral direita da imagem.

Desta maneira é possível criar uma imagem ampliada da região de interesse da amostra, iluminada a partir dos LEDs. Nesta imagem é possível a visualização da bobina de aplicação do RF e da amostra, permitindo o ajuste fino da posição e focalização do sistema no interior da meia-espira, como mostrado na Figura 3.12. Foi posicionado um espelho móvel no caminho óptico após a lente, o qual possibilita selecionar a projeção da imagem em uma câmera ou no fotodetector. Assim não é necessária a movimentação do detector para liberar a visualização da lente durante a focalização.

Os ajustes de posição e focalização da amostra são efetuados normalmente com o laser desligado, pois o mesmo produz uma grande quantidade de padrões de interferência (*speckels*) que torna a visualização complicada. Como o feixe do laser é aplicado no eixo óptico da lente, garante-se que quando o mesmo é ligado, será focalizado no centro da imagem visualizada. Os LEDs são desligados durante as medições.

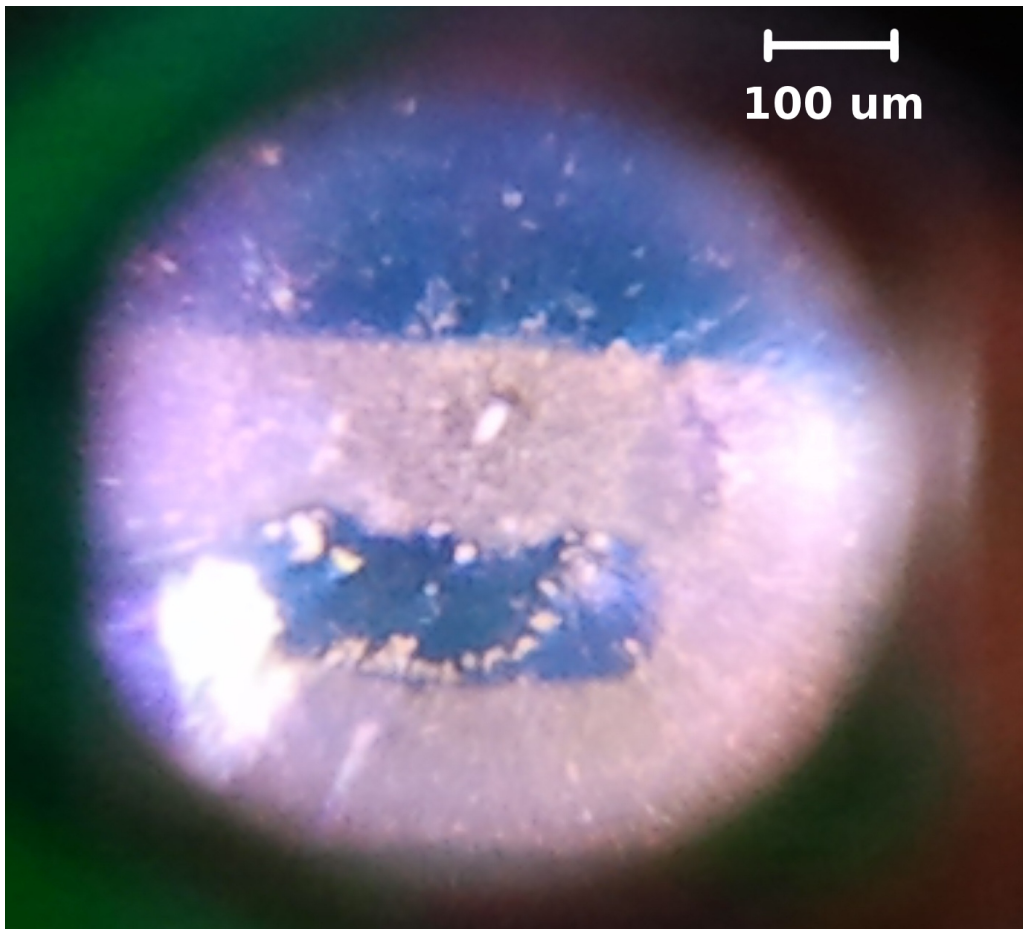


Figura 3.12: Exemplo de imagem da bobina de aplicação de RF criada com a lente de focalização utilizada no sistema. A visualização desta imagem durante a movimentação da lente facilita a focalização no interior da meia-espira e na região da amostra.

Uma vez que o sistema é focalizado visualmente no interior da meia-espira e na região da amostra, a focalização mais fina pode ser realizada pelo próprio sinal da fluorescência, buscando a maximização do mesmo.

3.5 Aplicação e medição de sinais de RF

Raramente são fornecidos detalhes na literatura publicada sobre a forma de aplicação de sinais de RF nos sistemas análogos. Até o momento, nenhuma informação foi obtida sobre a intensidade do campo magnético ou elétrico devido ao sinal de RF presente na região da amostra e as formas de aplicação do sinal são diferentes entre si. Maze et al. [8] utilizam apenas um fio de cobre com diâmetro de 20 μm na superfície da amostra para aplicação dos sinais de RF. Fuchs et al. [21] utilizam um guia de onda coplanar com terminação em curto-circuito fabricado na superfície do diamante. Já Acosta et al. [22] utilizam um loop de corrente com aproximadamente 1 mm de diâmetro.

Optou-se por utilizar neste trabalho uma meia-espira produzida numa placa de circuito impresso para aplicação de RF, pois acredita-se que a componente magnética devido ao sinal RF

seja a principal responsável por alterar a fluorescência e a geometria escolhida maximiza essa componente. Sua produção numa placa de circuito impresso permite a construção de novas bobinas idênticas caso necessário a partir do projeto inicial, além de fornecer melhor exatidão nas medidas em comparação a outros processos, como por exemplo o enrolamento manual de uma espira a partir de um fio. A empresa responsável pela fabricação das placas foi a Circuibras [23]. Para a verificação da eficiência da meia-espira produzida e para análise do campo magnético presente na região da amostra, foram construídas espiras de medição, posicionadas próximo ao local onde são colocadas as amostras.

3.5.1 Placa para aplicação de sinais de RF.

Decidiu-se projetar a meia-espira utilizando apenas trechos retos de trilhas, pois isso facilita o desenho e é necessário o uso de geometrias planas para produzir a meia-espira em uma placa de circuito impresso. A forma resultante é semelhante a de uma letra “U”, como mostrado na Figura 3.13. A largura a das trilhas da meia-espira e o espaçamento b entre elas foi escolhido o menor permitido pela Circuibras, 155 μm , para maximizar o campo magnético na região da amostra. A alimentação da meia-espira é feita pela linha de transmissão (*microstrip*) com comprimento L_t mostrada à direita na Figura 3.13. Uma via (furo de passagem metalizado) conecta o outro lado da meia-espira ao plano terra.

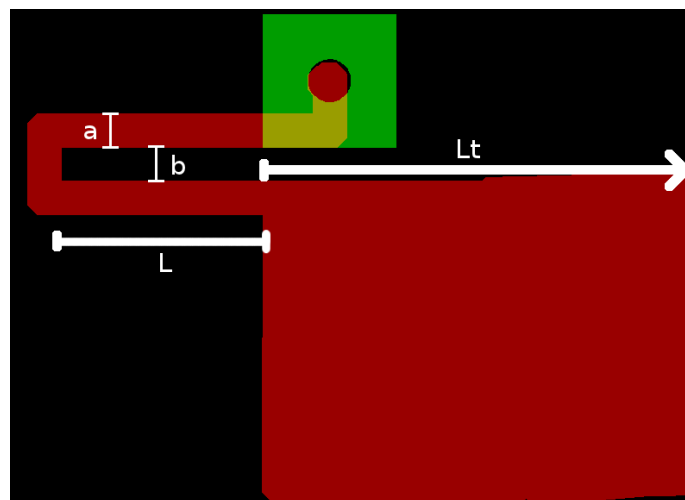


Figura 3.13: Desenho da meia-espira para aplicação do sinal de RF. As regiões vermelhas representam cobre e a região verde uma ilha com uma via para conexão com o plano terra.

O comprimento L da meia-espira precisava ser grande o suficiente para facilitar o posicionamento de amostra, mas sua impedância não poderia ser grande demais para não reduzir a corrente circulando nela. Para se obter o comprimento máximo aceitável para a meia-espira, sua impedância máxima desejada nas frequências próximas a 2,87 GHz foi estipulada em 50 Ω e foram efetuadas simulações no software *QUCS* [24] relacionando a impedância ao comprimento da meia-

espira. Nestas simulações foram utilizados os parâmetros para o dielétrico e para a placa de circuito impresso fornecidos pela Circuibras, apresentados na Tabela 3.1.

A meia-espira foi modelada como trechos de linhas de transmissão. Para os trechos com comprimento L (Arestas 1 e 3 na Figura 3.14) foi utilizado o componente “Coupled Microstrip Line”, considerando assim o efeito de auto acoplamento devido a proximidade entre as duas trilhas paralelas. Foi utilizado o componente “Microstrip Line” no trecho “Aresta 2”. Além disso foram utilizados dois componentes “Microstrip Corner” e um “Microstrip Via” para completar adequadamente a geometria a ser simulada, como apresentado na Figura 3.14.

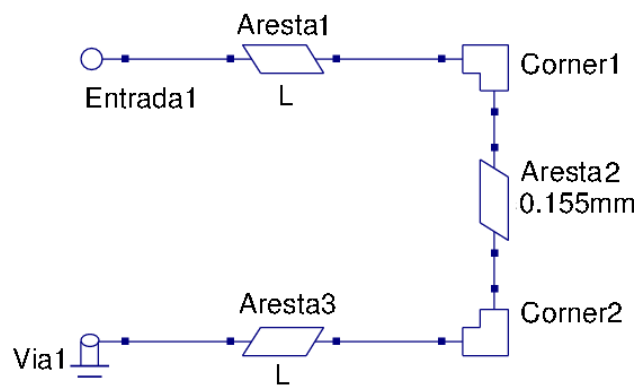


Figura 3.14: Diagrama exemplificando o esquemático utilizado para simular a meia-espira no QUCS.

A simulação levou em consideração a variação de L na faixa de 0,6 mm até 2 mm. A estrutura apresenta comportamento essencialmente indutivo na faixa de frequência analisada. O Comprimento escolhido para a dimensão final da meia-espira foi de 1 mm, mantendo a magnitude da impedância da estrutura inferior a 50Ω até cerca de 3,4 GHz, como observado na Figura 3.15.

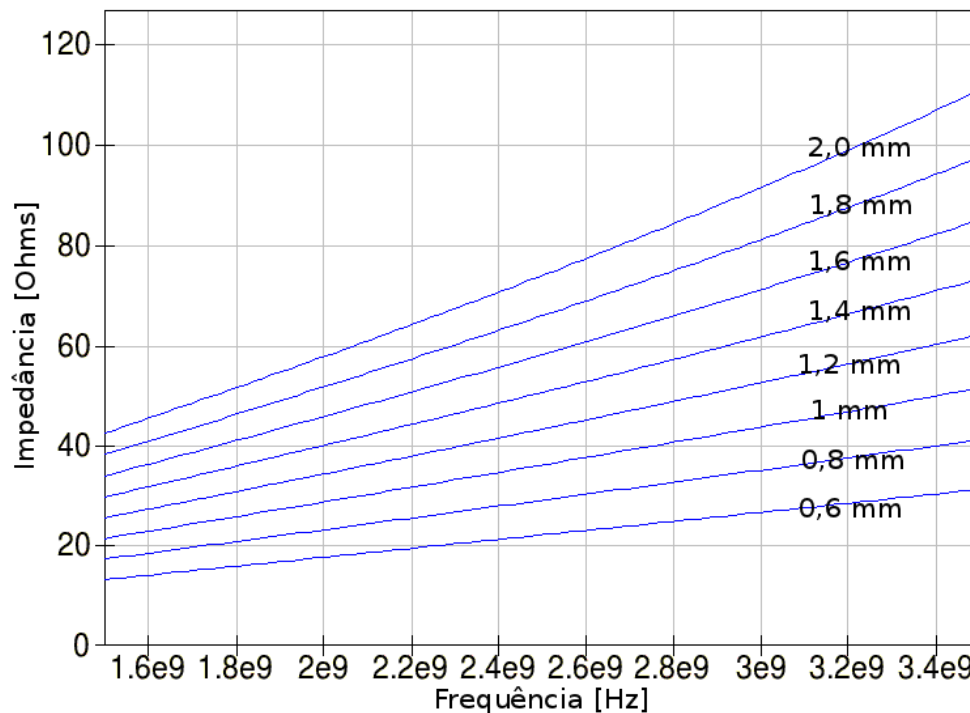


Figura 3.15: Valores da magnitude da impedância simulados para a meia-espira considerando diversos comprimentos L .

A linha de transmissão que leva o sinal de RF até a meia-espira possui na sua terminação um conector SMA e um adaptador macho-macho SMA, utilizados para a conexão com o gerador de RF. Para maximizar o campo magnético nas amostras, esta linha de transmissão teve seu comprimento L_t otimizado para maximizar a corrente circulante (e assim o campo magnético) na frequência de 2,87 GHz. Isso foi feito buscando-se uma situação na qual a impedância vista a partir da entrada da placa fosse mínima, maximizando a corrente injetada pelo gerador de RF. Neste caso não haverá casamento de impedância com o gerador, portanto ele deve suportar esta condição de operação. A meia-espira, possuindo um comportamento indutivo, propiciará reflexões do sinal que gerarão uma onda estacionária.

A partir de uma estimativa inicial, detalhada no ANEXO B, realizou-se uma simulação no *QUCS* variando-se o comprimento L_t com valores entre 29 e 37 mm em busca do comprimento que maximiza a corrente circulante na estrutura. Os conectores SMA foram modelados com o componente “coaxial line”, de acordo com os parâmetros apresentados na Tabela 3.1. A linha de transmissão, com largura de 1,47 mm e impedância característica de 50 Ω , foi modelada como um componente “Microstrip Line”. Seus parâmetros também estão na Tabela 3.1.

Tabela 3.1: Parâmetros da placa de circuito impresso e do conector coaxial.

Parâmetro	Coaxial Line	Microstrip Line
Permissividade Relativa do dielétrico (ϵ_r)	2,1	4,5
Permeabilidade relativa (μ_r)	1	1
Espessura do dielétrico [mm]	Não se aplica	0,8
Diâmetro ou espessura do condutor [μm]	940	35
Diâmetro do condutor externo [mm]	4,55	Não se aplica
Resistividade do condutor [$\Omega\cdot\text{m}$]	$5,59\cdot 10^{-8}$	$1,68\cdot 10^{-8}$ [25]
Tangente de perdas (δ)	$2\cdot 10^{-4}$	$2\cdot 10^{-2}$

O circuito utilizado para a simulação está presente na Figura 3.16. A excitação utilizada foi uma fonte de potência com impedância interna de $50\ \Omega$ e potência de saída de 0 dBm. Esta potência foi utilizada em algumas otimizações apresentadas, mas não é necessariamente a potência que será utilizada para aplicação do sinal em amostras. O bloco da meia-espira à direita corresponde ao mesmo circuito apresentado na Figura 3.25.

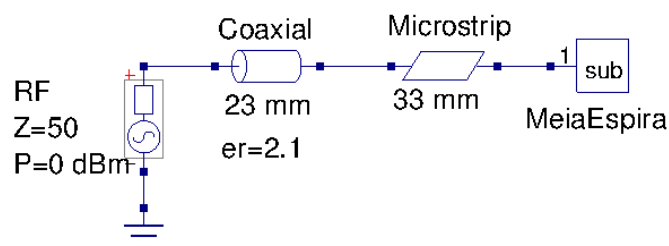


Figura 3.16: Circuito para simular o efeito das linhas de transmissão.

O resultado da impedância simulada é apresentado na Figura 3.17. Para a frequência de 2,87 GHz, a impedância vista a partir da entrada é minimizada pela escolha de um comprimento L_t de 33 mm, conforme já previsto pelo cálculo teórico exposto no ANEXO B.

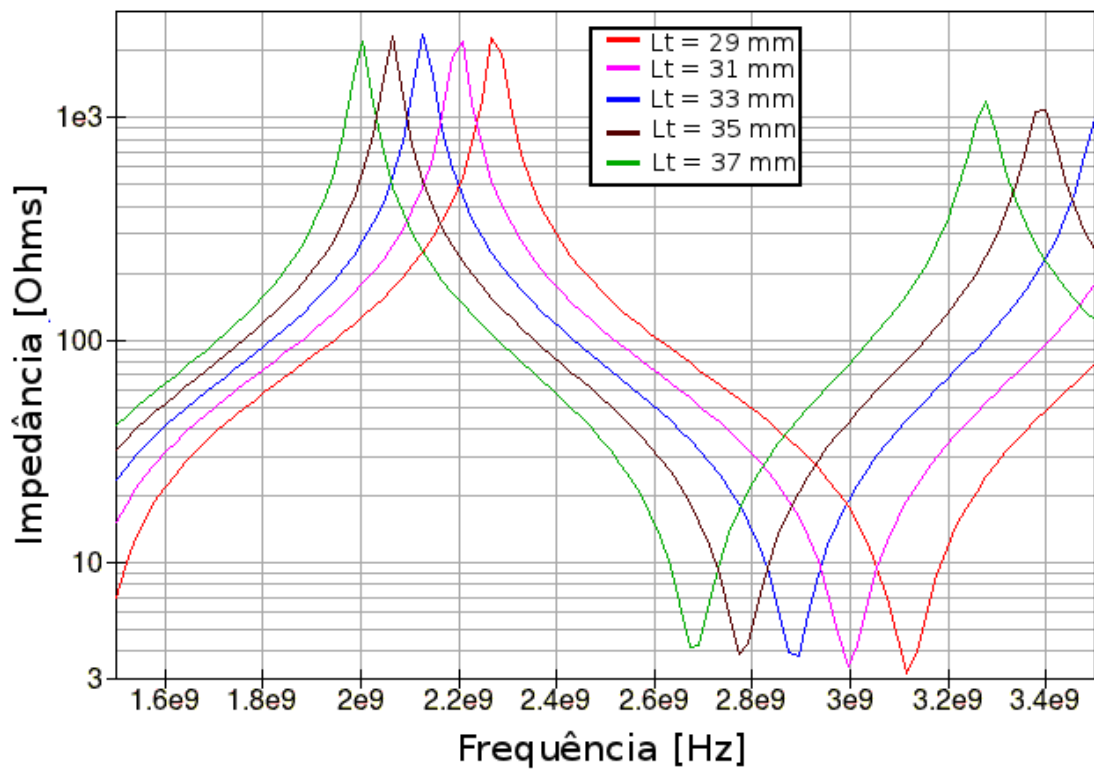


Figura 3.17: Magnitude da impedância vista a partir da entrada da placa para vários comprimentos L_t da linha Microstrip.

A corrente circulando na meia-espira também foi simulada e é apresentada na Figura 3.18. Pode-se perceber que ela é máxima nas proximidades da frequência de 2,87 GHz.

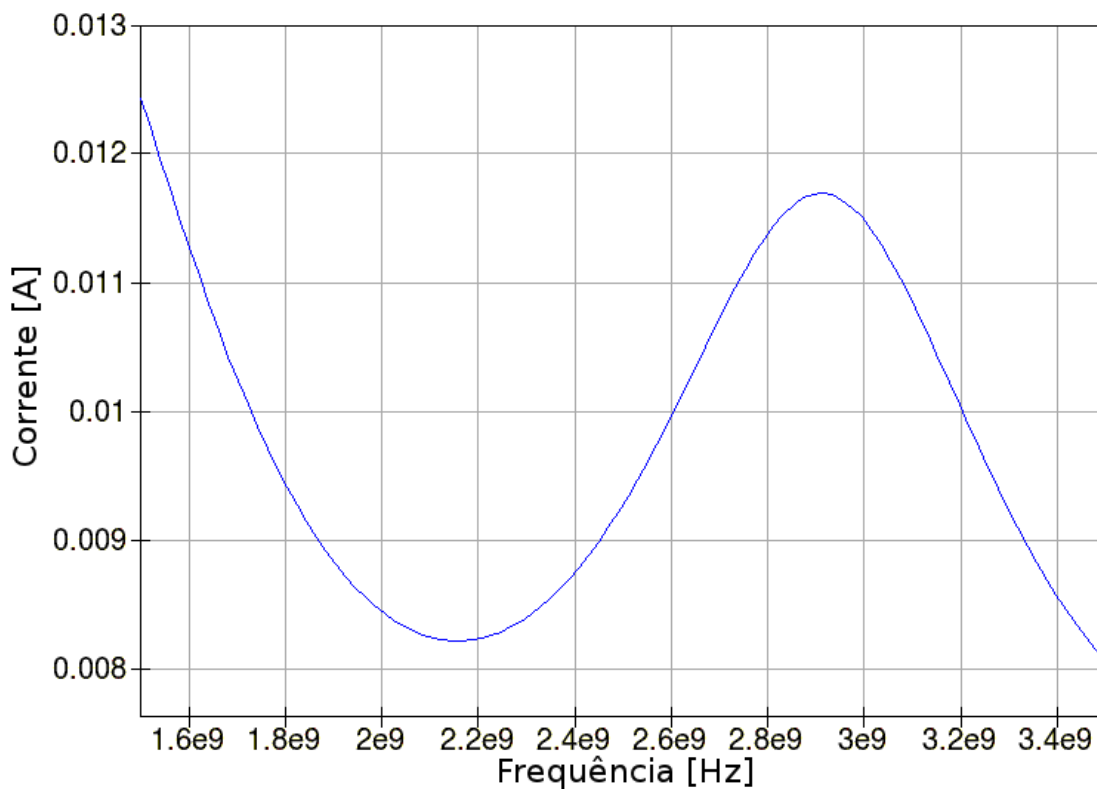


Figura 3.18: Magnitude da corrente simulada na meia-espira.

Após a definição das dimensões da meia-espira e da linha de transmissão, a placa da bobina foi desenhada utilizando-se um *software* para circuitos impressos (*EAGLE*). As dimensões totais da placa são 70 mm x 20 mm, escolhidas para mantê-la compatível com as demais partes do sistema. Foram feitas duas fendas de 6 mm x 2mm para permitir o ajuste horizontal na posição de fixação da placa na base do sistema. A fixação é feita por parafusos de 2 mm de diâmetro. Uma foto da versão final da placa está na Figura 3.19. Nesta foto a placa não está posicionada na montagem e o conector SMA ainda não foi colocado.

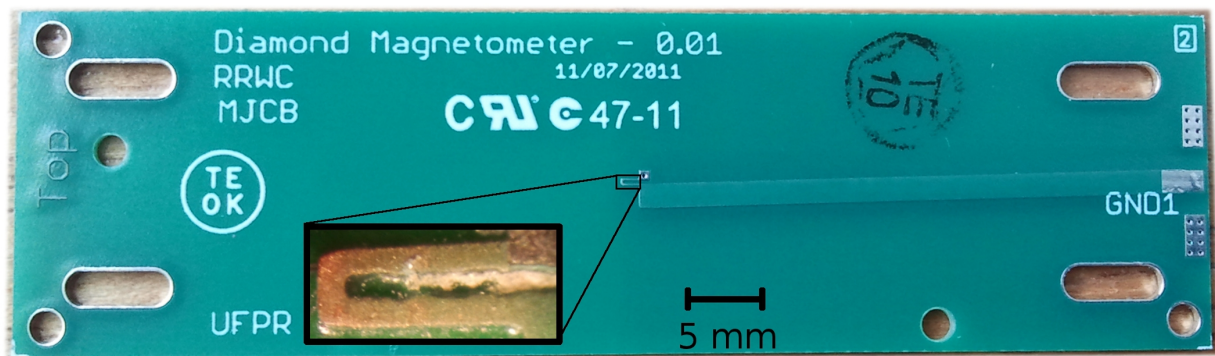


Figura 3.19: Foto da placa final produzida para aplicação do sinal de RF na amostra de diamante, mostrando detalhe ampliado da bobina. A largura da trilha na ampliação é de 155 μm .

Foram produzidas várias placas com bobinas de dimensões idênticas a nível do projeto. No entanto devido às variações no processo de produção, as dimensões finais da bobina na placa mostraram uma tolerância em torno de $\pm 20 \mu\text{m}$, fato que pode ser observado na Figura 3.19.

Para confirmar os resultados das simulações, foram realizadas medidas num analisador de redes vetorial (Anritsu 37369C). A partir das medidas obteve-se um arquivo do tipo *Touchstone* (S2P) [26] com as informações dos parâmetros S da placa em função da frequência. A partir deste arquivo foi calculada a impedância da placa, apresentada na Figura 3.20. Há uma boa semelhança com a resposta prevista na simulação do *QUCS* (apenas cerca de 1% de diferença na frequência na qual ocorre o mínimo de impedância), indicando que os modelos escolhidos e os parâmetros utilizados foram adequados, resultando num projeto bem sucedido.

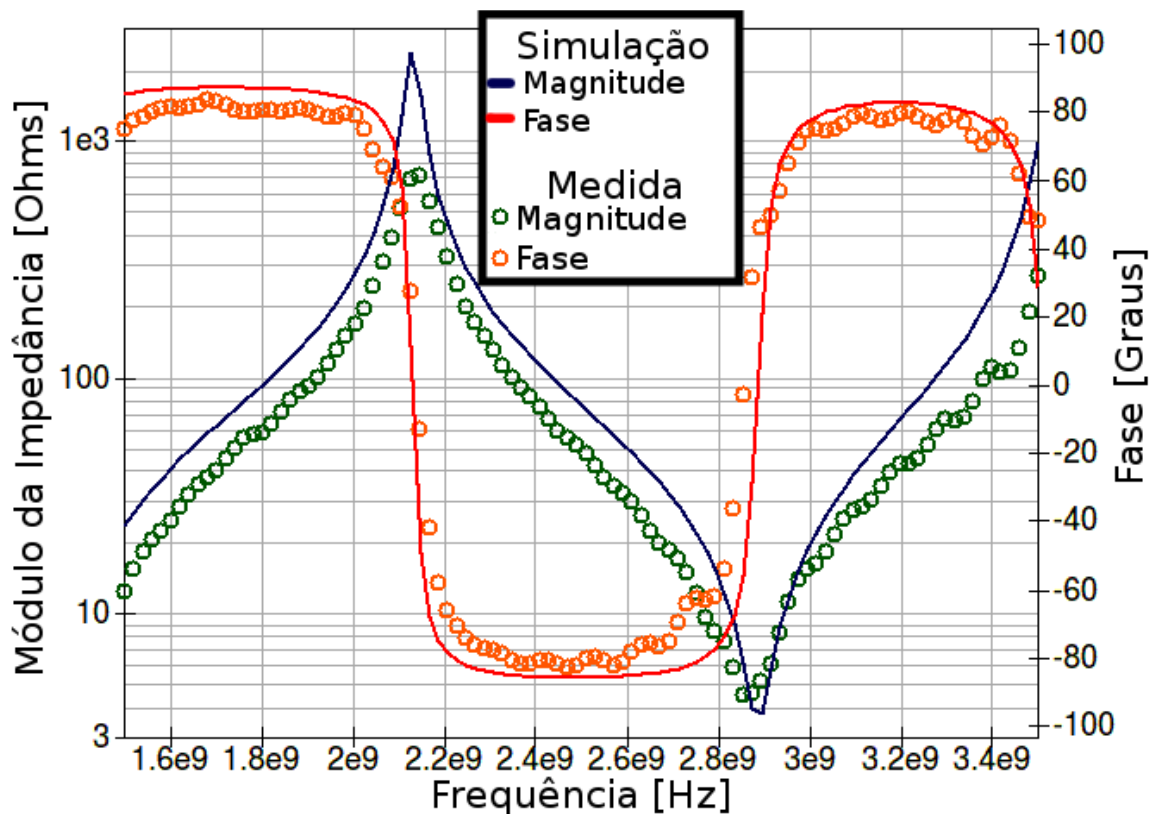


Figura 3.20: Resultados da simulação (linhas) comparados com a resposta obtida a partir da medida na placa (círculos).

A pequena diferença na frequência de mínimo entre a simulação e a medida ocorre provavelmente devido a uma diferença entre o comprimento real da estrutura e o simulado, como por exemplo o trecho de solda no conector SMA e a incerteza na determinação do comprimento do conector. As perdas consideradas no modelo aparentam ser levemente inferiores ao observado na prática, o que provavelmente explica a diferença na magnitude no pico da impedância e em algumas frequências. As mudanças na fase da impedância indicam a presença de frequências de ressonância na estrutura (coincidentes com os mínimos e máximos da impedância), sendo que as frequências nas quais ocorrem estas ressonâncias na simulação estão coerentes com o observado na medida.

A partir dos parâmetros S medidos foi realizado o cálculo da corrente na entrada placa para as mesmas condições da simulação. Como pode ser observado na Figura 3.21 não houve diferença significativa entre a simulação e a medida no valor de pico da corrente, que ocorre na frequência de interesse de 2,87 GHz.

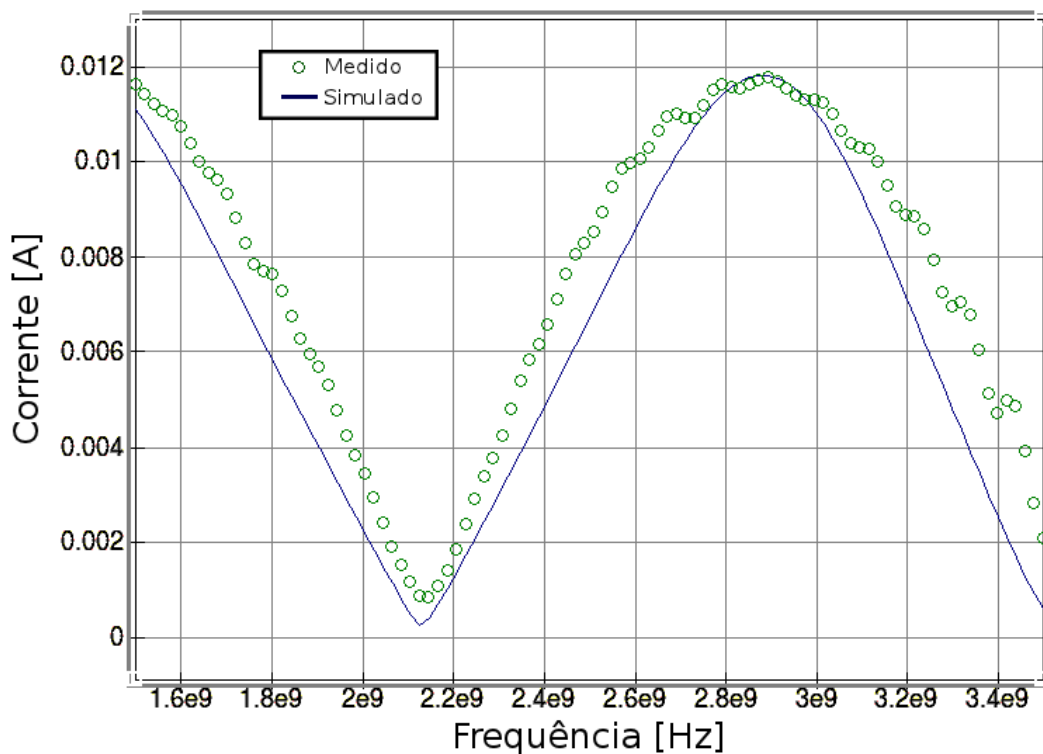


Figura 3.21: Magnitude da corrente simulada na entrada da placa em comparação com resultado da medida.

3.5.2 Amplificador de RF.

A potência de RF necessária para observação da redução da fluorescência emitida pelos centros NV do diamante não estava bem definida no início do projeto. A intensidade de campo magnético de RF aplicado na amostra é um dado que não foi encontrado na literatura no decorrer do projeto. Alguns autores apenas mencionam o uso de geradores de RF e amplificadores. Alguns dos poucos dados são do uso de amplificador com ganho de 30 dB e potência máxima de saída da ordem de 20 W [3] ou do uso de um gerador com saída na faixa de -40 dBm até -15 dBm, em conjunto com um amplificador de 30 dB [22].

Como os geradores de RF disponíveis no laboratório possuem potência de saída máxima da ordem de 13 dBm e não se dispunha de amplificadores de potência de RF, decidiu-se pelo desenvolvimento do mesmo como parte do trabalho. Porém, para este projeto, dispunha-se apenas de um transistor modelo MRF18085ALS da Freescale, doado pela empresa TIM, que é otimizado para aplicação na telefonia celular na faixa de frequências de 1,75 a 1,95 GHz. Infelizmente esse projeto não apresentou um resultado adequado para uso, pois o transistor não era capaz de fornecer ganho suficiente na frequência desejada.

A alternativa encontrada foi a utilização de um amplificador de RF comercial modelo LWA 2040-1 M/A-Com Microwave Power Devices inc, com ganho de 30 dB na faixa de operação (2 até 4 GHz), potência máxima de saída de 30 dBm.

O amplificador foi instalado sobre a mesma base de cobre na qual a placa da bobina foi fixada. Deste modo além de haver unidade mecânica no sistema, a dissipação de calor era facilitada pelo cobre. Um dissipador foi instalado no amplificador também para este fim. O amplificador foi diretamente conectado ao adaptador macho-macho SMA da placa de aplicação de sinais de RF.

Para testar o amplificador foram efetuadas medidas num analisador de redes vetorial. A resposta do amplificador está apresentada na Figura 3.22. Nesta medida a entrada e a saída do amplificador estavam casadas ($50\ \Omega$).

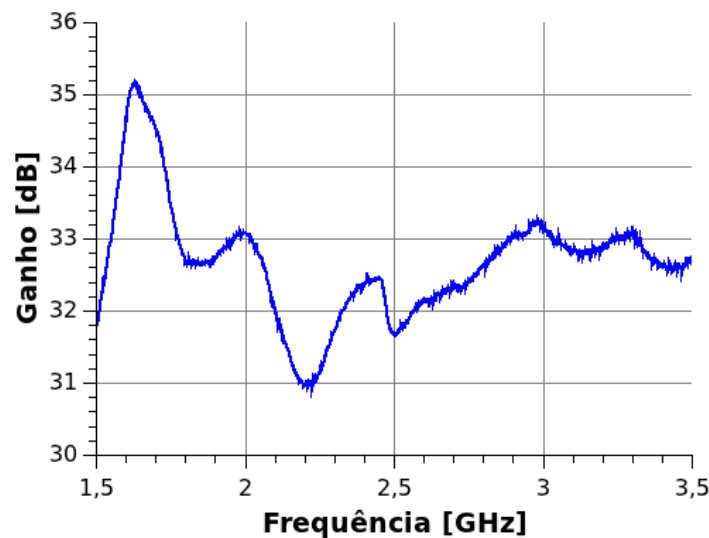


Figura 3.22: Módulo do ganho do amplificador medido em uma carga de $50\ \Omega$.

A partir destas medidas também foi possível obter um arquivo no formato *Touchstone* (S2P) com suas características de transferência. Este arquivo pode ser utilizado nas simulações com o *QUCS*, para estimar-se a corrente circulante na bobina em dada condição.

3.5.3 Medição de sinais de RF

Para confirmar-se a presença de sinais de RF na região da amostra e possibilitar a medição do campo magnético advindo de sinais de RF, foram construídas diversas espiras de medição.

Considerando-se o tamanho da bobina de aplicação de sinais de RF, da ordem de centenas de micrômetros, utilizou-se um fio esmaltado com diâmetro de $50\ \mu\text{m}$ para a construção da espira de medição. A construção e o manuseio destas espiras foi feita com o auxílio de pinças e microscópio óptico. Devido à fragilidade das espiras, algumas acabaram se danificando durante sua construção ou manipulação.

As espiras foram confeccionadas enrolando-se o fio em torno de um núcleo de fibra óptica ($120\ \mu\text{m}$ de diâmetro). A fotografia do processo de confecção de uma dessas espiras está na Figura

3.23. Após o termino, o diâmetro interno resultante das espiras varia entre 120 μm e cerca de 400 μm . Os terminais da espira foram trançados por cerca de 15 mm até a conexão com um cabo coaxial de 50 Ω ou conector SMA. A impedância característica simulada no software *QUCS* para um trecho de par trançado com características similares ao construído foi de aproximadamente 60 Ω .

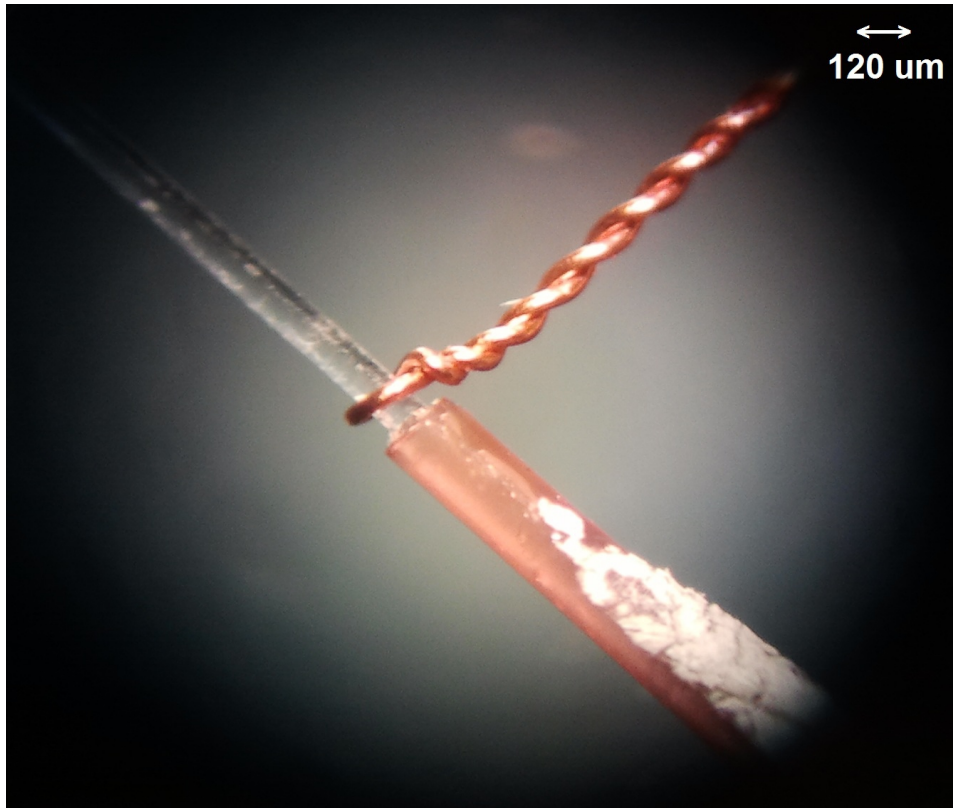


Figura 3.23: Imagem ampliada no microscópio de uma das espiras de medição enrolada em núcleo de fibra óptica. Pode-se perceber a casca externa protetora na parte de baixo da fibra.

O posicionamento da espira no centro da bobina foi realizado também de forma manual com o auxílio de um microscópio óptico e uma pinça. Sua fixação foi feita com fita adesiva e/ou cola branca, como mostrado na Figura 3.24 (a). Também foram realizadas algumas medições com amostras de diamante posicionadas sobre a meia-espira. Neste caso, a espira de medição foi posicionada como mostrado na Figura 3.24 (b).

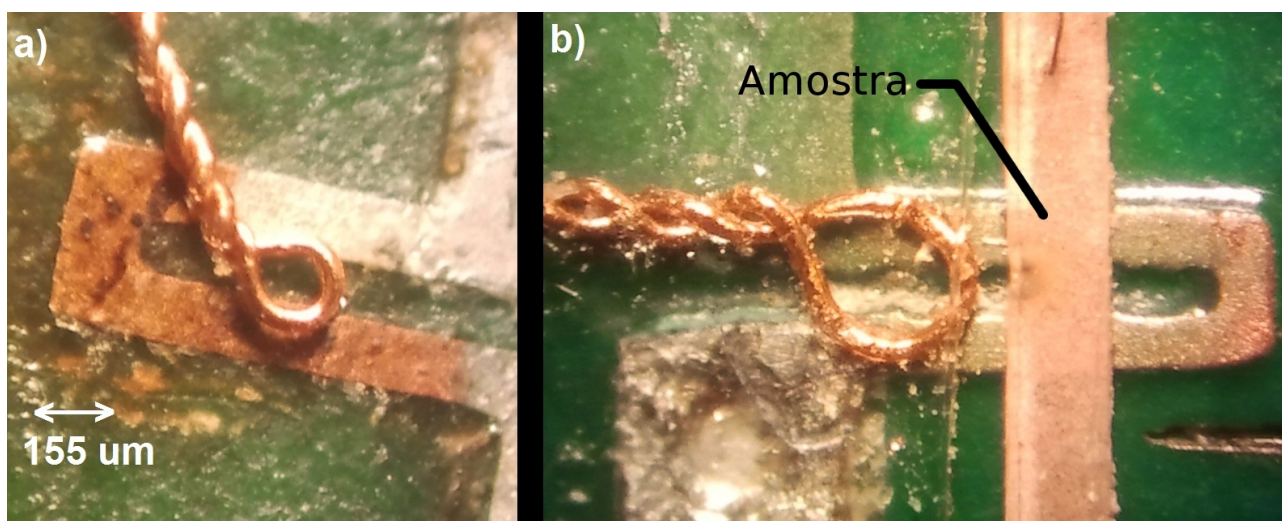


Figura 3.24: Fotografias mostrando a meia-espira de excitação de RF e a espira circular de medida. a) Espira posicionada no centro da meia-espira para testes da resposta da meia-espira e de amplificadores. b) Espira posicionada próxima a ligação da meia espira com a linha de transmissão. Nesta foto há também uma amostra retangular de lixa de diamantes (rosa) posicionada no centro da meia-espira.

3.5.4 Campo magnético advindo do sinal de RF

Inicialmente foi realizado um cálculo analítico para estimar o campo magnético presente na região da amostra devido ao sinal de RF. Para uma alimentação de 0 dBm na entrada do amplificador o resultado foi de 1196 A/m. Mais detalhes são mostrados no ANEXO C. Considerando que não foram encontrados na literatura muitos detalhes sobre a aplicação dos sinais de RF, decidiu-se obter informações mais detalhadas sobre o comportamento do campo magnético devido ao sinal de RF na região onde seria posicionada a amostra. Para tal foram realizadas simulações no software COMSOL Multiphysics [27]. Algumas simulações buscavam verificar eventuais mudanças na geometria da bobina para otimizar o campo magnético devido ao sinal de RF na região da amostra. Também foram realizadas simulações similares as medições realizadas com a espira de medição, possibilitando uma comparação com resultados práticos obtidos.

A principal geometria simulada é idêntica à bobina produzida já descrita no capítulo 3.5.1. Por limitações computacionais apenas um trecho da trilha com impedância característica de 50 Ω foi simulado. O dielétrico utilizado entre as trilhas e o plano terra foi simulado em espessuras de 1,6 e 0,8 mm devido a estas duas espessuras terem sido aplicadas no processo produtivo das placas finais (havia sobra de espaço em um painel de espessura 1,6 mm que seria descartado pela empresa), permitindo a verificação de qual delas maximiza o campo magnético. O material dielétrico é o FR4 (lã de fibra de vidro impregnada com resina epoxi, características já apresentadas na Tabela 3.1). Por questões de custo computacional, foi simulado apenas um paralelepípedo do dielétrico com dimensões laterais de 6mm x 4mm e espessura de 1,6 e 0,8 mm.

Todas as trilhas e o plano terra são feitos de cobre e possuem espessura de 35 μm . Foram simulados dois tipos de plano terra. O plano terra total cobre todo o verso do dielétrico. Já o plano

terra parcial cobre apenas uma região que vai do ponto de aplicação do sinal RF na placa até aproximadamente metade da meia-espira. A meia-espira foi conectada ao plano terra através de um cilindro de cobre (via de passagem). Foi feita também uma fração de uma esfera de ar, com diâmetro de 11 mm, envolvendo os materiais simulados. A estrutura completa simulada é mostrada na Figura 3.25.

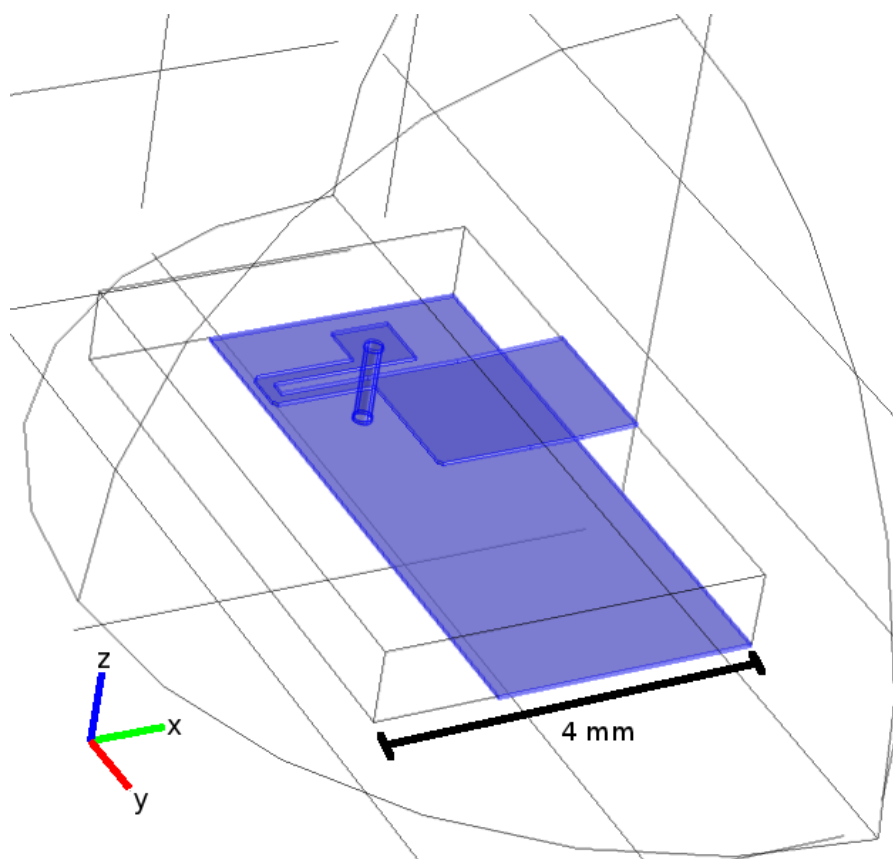


Figura 3.25: Uma das estruturas simuladas no COMSOL. As partes em azul estão com o material cobre aplicado, o paralelepípedo está com o material FR4 aplicado e a fração de esfera com o material ar.

Também foi realizada outra simulação sem o plano terra, porém neste caso a estrutura foi alterada para uma linha de transmissão do tipo coplanar com impedância característica de 50Ω . A estrutura coplanar de alimentação foi usada por Fuchs et al. [21]. Esta simulação foi realizada para comparar a eficiência da alimentação coplanar, que acredita-se gerar menos reflexões na transição para a meia-espira devido ao descasamento da impedância. Nesta simulação a largura das trilhas da bobina e o espaçamento entre a trilha central e as laterais foram mantidos em $155 \mu\text{m}$. O tamanho do bloco do dielétrico simulado foi alterado para permitir a inserção de parte da estrutura da linha coplanar, passando para $12 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 1,6 \text{ mm}$. Neste caso, optou-se por usar uma fração de cilindro com 12 mm de altura por 4 mm de raio para o material ar, a qual se adapta melhor ao formato do modelo se comparado a uma semi-esfera como feito no caso anterior. A Figura 3.26 apresenta a estrutura simulada.

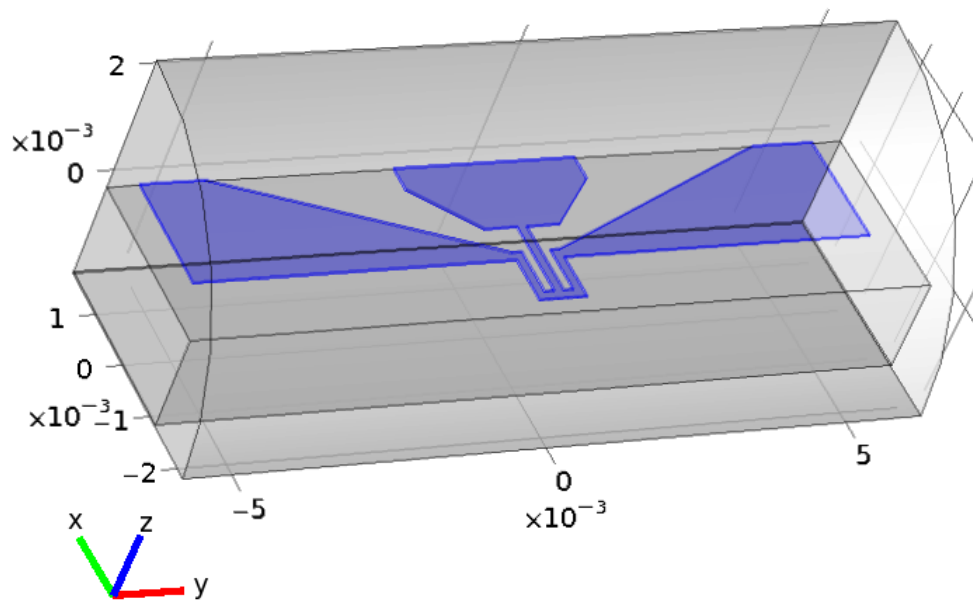


Figura 3.26: Modelo feito para simulação da meia-espira sem plano terra, utilizando-se trilha coplanar para alimentação da meia-espira.

A aplicação da alimentação de RF foi feita através de uma porta discreta de corrente com impedância interna de $50\ \Omega$ em todas as geometrias. Este tipo de porta foi escolhido pela facilidade de uso com o modelo e por permitir o uso diretamente na extremidade das trilhas presentes na estrutura modelada. Isso não seria possível para uma porta de potência por exemplo, a qual exigiria várias alterações no contorno da estrutura e cálculo dos modos propagantes na porta. Para permitir a excitação por corrente com porta discreta, apenas a borda do terra e a borda da trilha de $50\ \Omega$ que estavam em contato com a porta precisaram receber a condição de contorno de condutor elétrico perfeito. A porta foi definida como toda a superfície do lado do bloco do dielétrico que é perpendicular ao plano da meia-espira e está voltado para a continuação da trilha de $50\ \Omega$. A superfície de ar no mesmo plano das portas recebeu a condição de contorno *condutor magnético perfeito*, o que acaba fornecendo para a simulação o efeito semelhante ao que seria obtido se as linhas de transmissão de $50\ \Omega$ fossem infinitamente longas. Como estimativa inicial para comparar as diferentes situações, foi arbitrado um valor de corrente na porta. Vale salientar que quando estas simulações iniciais foram realizadas ainda não se dispunha do modelo desenvolvido no QUCS nem dos resultados das medidas na placa com o analisador de redes vetorial.

Para permitir a simulação, foi aplicada a condição de contorno “*scattering boundary condition*” a todas as demais superfícies externas do modelo, sendo esta uma condição que permite absorção de primeira ordem para ondas eletromagnéticas espalhadas. Tal condição é necessária para limitar o espaço físico da simulação, pois não é possível simular um espaço infinito ao redor da estrutura. Devido ao tamanho da região de ar usada ao redor dos modelos, as intensidades de campo

magnético esperadas nas extremidades da região simulada serão desprezíveis, logo considerou-se desnecessário o uso de condições mais elaboradas de fronteira. No caso da estrutura coplanar a condição “*scattering boundary condition*” foi substituída nos limites mais afastados da bobina pela condição de “condutor magnético perfeito” por questão de memória insuficiente no computador para realizar a simulação com a condição inicialmente citada.

O ponto principal onde foi avaliado o campo magnético corresponde ao ponto “P”, localizado no interior da bobina. Ele é equidistante ($77,5 \mu\text{m}$) aos três trechos de *microstrip*, como mostrado na Figura C1 usada para explicar o cálculo analítico no ANEXO C. No caso da estrutura coplanar, como ela é simétrica, este ponto foi escolhido do lado direito da estrutura. A comparação do campo neste ponto para as diferentes estruturas estudadas na frequência de 2,8 GHz está na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Campo magnético no ponto P em cada uma das condições estudadas no COMSOL.

Condição	Campo Magnético [A/m]	Diferença [%]
Dielétrico: 1,6 mm; Plano terra inteiro	720	-17,80
Dielétrico: 1,6 mm; Plano terra parcial	724	-17,35
Dielétrico: 1,6 mm; Coplanar	365	-58,34
Dielétrico: 0,8 mm; Plano terra parcial	876	0

O melhor desempenho foi obtido pela bobina com dielétrico de 0,8 mm e plano terra parcial. A estrutura coplanar apresentou desempenho bem inferior às demais, provavelmente pela divisão da corrente entre os ramos de retorno ao terra na meia-espira. Devido a isso a placa que foi utilizada no sistema foi a com dielétrico de 0,8 mm.

Numa etapa mais avançada do projeto, após a modelagem no QUCS da meia espira e da linha de transmissão e confirmação da eficiência deste modelo através das medições no analisador de redes vetorial, repetiu-se as simulações acima utilizando como excitação a corrente simulada no QUCS. A configuração usada no QUCS é uma fonte de RF com saída de 0 dBm conectada ao amplificador de RF e este à placa da meia-espira. O ponto da linha de transmissão no qual a corrente foi amostrada no QUCS é o mesmo no qual está a porta de corrente da Figura 3.25.

Deste modo não só a excitação está mais próxima da existente na prática, como também é considerada a variação da mesma com a frequência e é levado em conta a fase da corrente na posição da porta de corrente. Para o caso do dielétrico de 1,6 mm foi refeita uma simulação no QUCS considerando o dielétrico e a largura adequados da linha de transmissão para se obter a corrente de excitação. Os resultados das novas simulações de campo magnético no COMSOL são apresentados na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Campo magnético no ponto P em cada uma das condições estudadas no COMSOL utilizando a corrente simulada no QUCS como excitação.

Condição	Campo Magnético [A/m]	Diferença [%]
Dielétrico: 1,6 mm; Plano terra inteiro	1110	+43,41
Dielétrico: 1,6 mm; Plano terra parcial	1254	+62,20
Dielétrico: 1,6 mm; Coplanar	529	-31,65
Dielétrico: 0,8 mm; Plano terra parcial	774	0

Pode-se perceber na Tabela 3.3 que o dielétrico de 0,8 mm já não é mais vantajoso em relação às estruturas com dielétrico de 1,6 mm. O uso de plano terra parcial continua vantajoso em relação a um plano terra inteiro.

Apesar deste resultado, a placa de 0,8 mm continuou sendo utilizada no projeto. Esta decisão levou em consideração que na época desta nova simulação a placa com dielétrico de 0,8 mm já estava montada no sistema e várias medidas já haviam sido realizadas com ela. Além disso, a intensidade do campo magnético devido ao sinal de RF não parecia representar um problema e a troca da placa causaria alguns problemas devido a partes que deveriam ser descoladas, dessoldadas e depois recolocadas. Mesmo assim este resultado é útil caso novas modificações venham a ser feitas no futuro e para outros trabalhos que sejam realizados com base neste projeto.

A partir desta nova simulação, obteve-se os perfis do módulo do campo magnético em cortes passando pelo ponto “P” para o caso utilizado de dielétrico de 0,8 mm. O primeiro corte, na direção do eixo x, é paralelo às trilhas mais longas da meia-espira, passando pelo ponto P no plano da placa de circuito impresso. Tal perfil é mostrado na Figura 3.27.

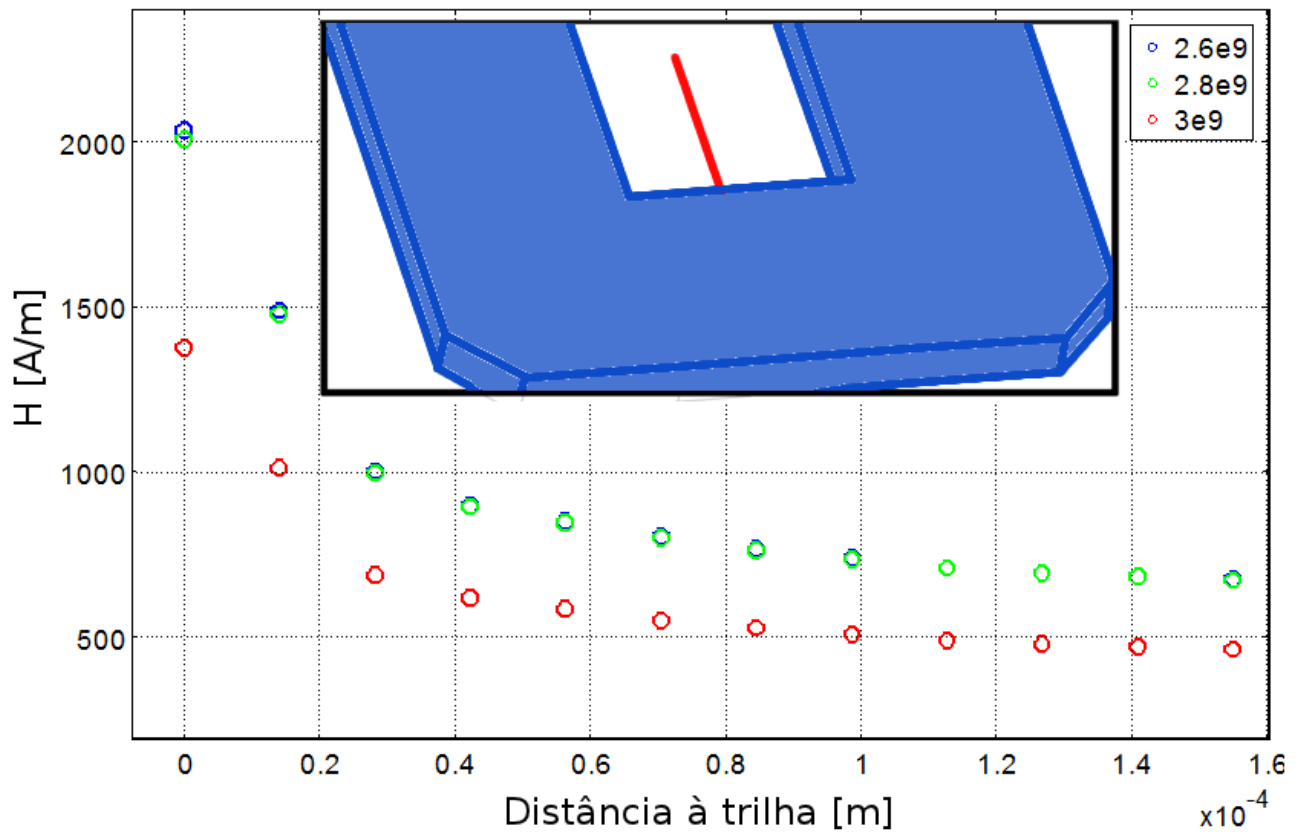


Figura 3.27: Perfil do módulo do campo magnético paralelo às trilhas mais longas da meia-espira (eixo x) passando pelo ponto P no plano da placa de circuito impresso. O 0 do eixo x no gráfico corresponde à borda da trilha de ligação entre as trilhas paralelas (trilha na parte de baixo da imagem). As diferentes frequências simuladas são apresentadas em cores diferentes. O detalhe mostra o corte (em vermelho) no qual o perfil foi calculado.

O segundo perfil, na direção do eixo y , é perpendicular à direção das trilhas mais longas da meia-espira, também no plano da placa de circuito impresso. Este perfil é mostrado na Figura 3.28.

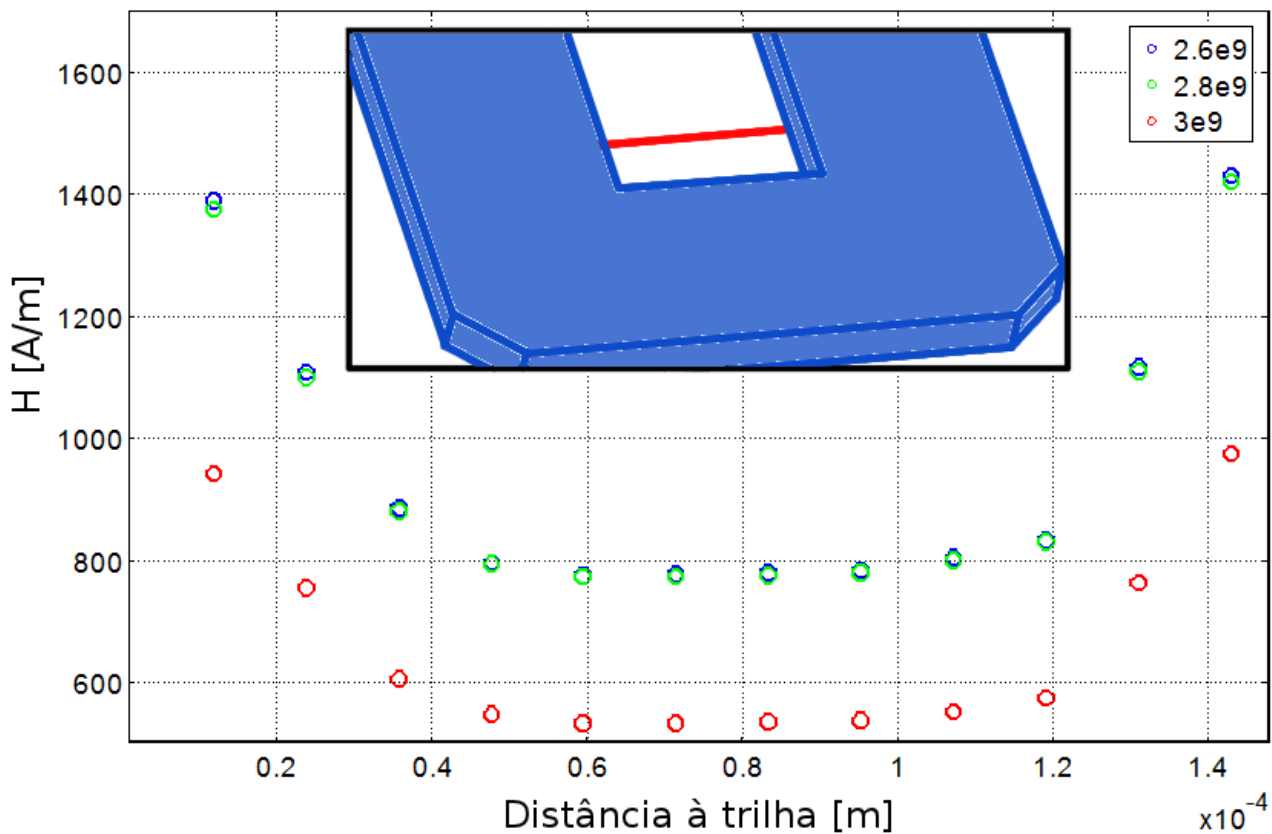


Figura 3.28: Perfil do módulo do campo magnético perpendicular às trilhas mais longas da meia-espira (eixo y) passando pelo ponto P no plano da placa de circuito impresso. O 0 do eixo x no gráfico corresponde à borda de uma das trilhas. As diferentes frequências simuladas são apresentadas em cores diferentes. O detalhe apresenta em vermelho o corte onde o perfil foi simulado, posicionado na meia-espira.

A Figura 3.29 apresenta o módulo do campo magnético no plano da placa de circuito impresso, codificado em escala de cores, para uma frequência de 2,8 GHz. Pode-se perceber por esta figura que o campo magnético é mais uniforme na região central da meia-espira, paralelamente as duas trilhas mais longas dela.

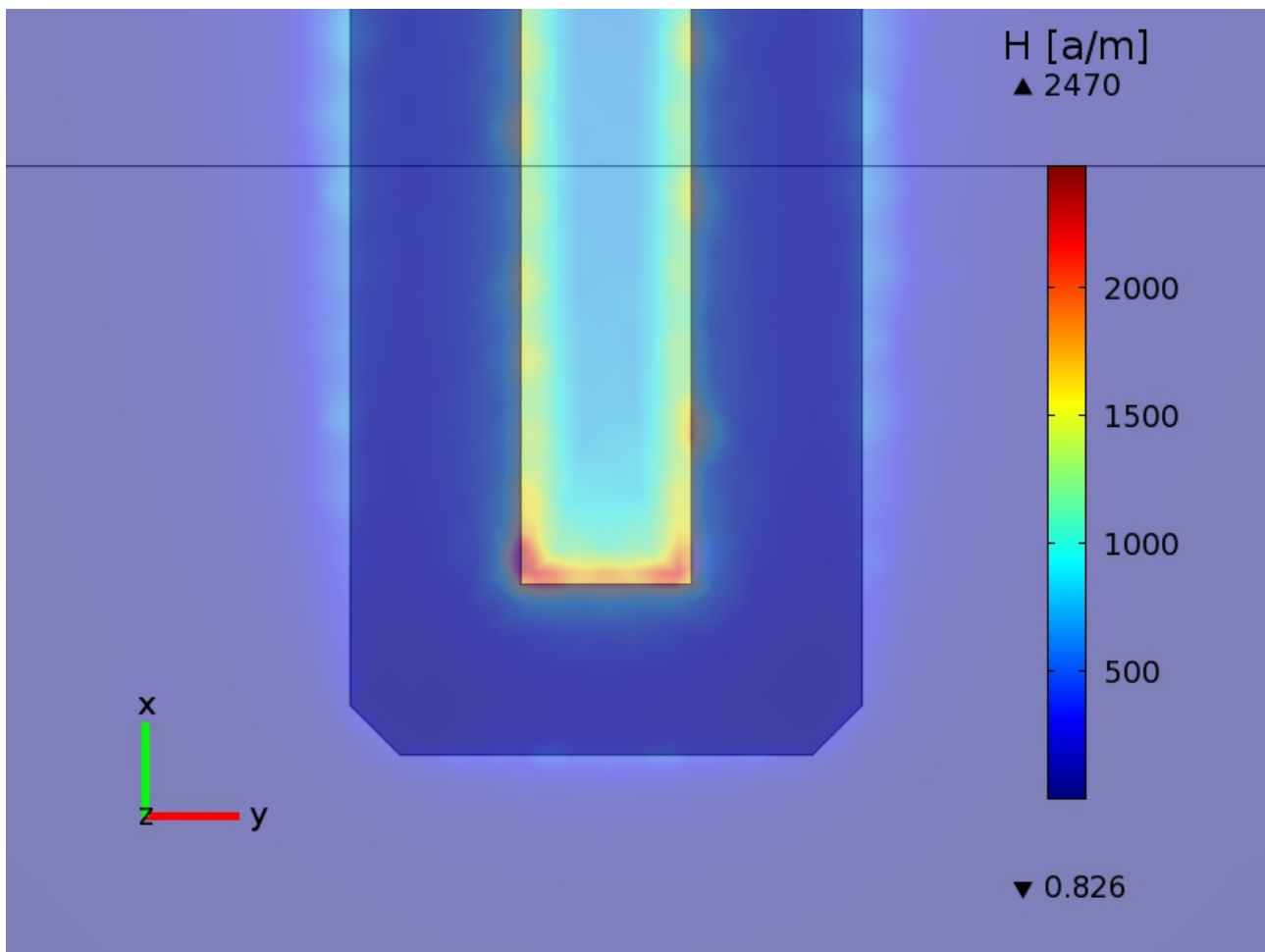


Figura 3.29: Módulo do campo magnético no plano da placa de circuito impresso para $f = 2,8$ GHz.

Foi também feito um terceiro perfil num corte na direção z , perpendicular ao plano da placa de circuito impresso passando também pelo ponto P. Este perfil é apresentado na Figura 3.30.

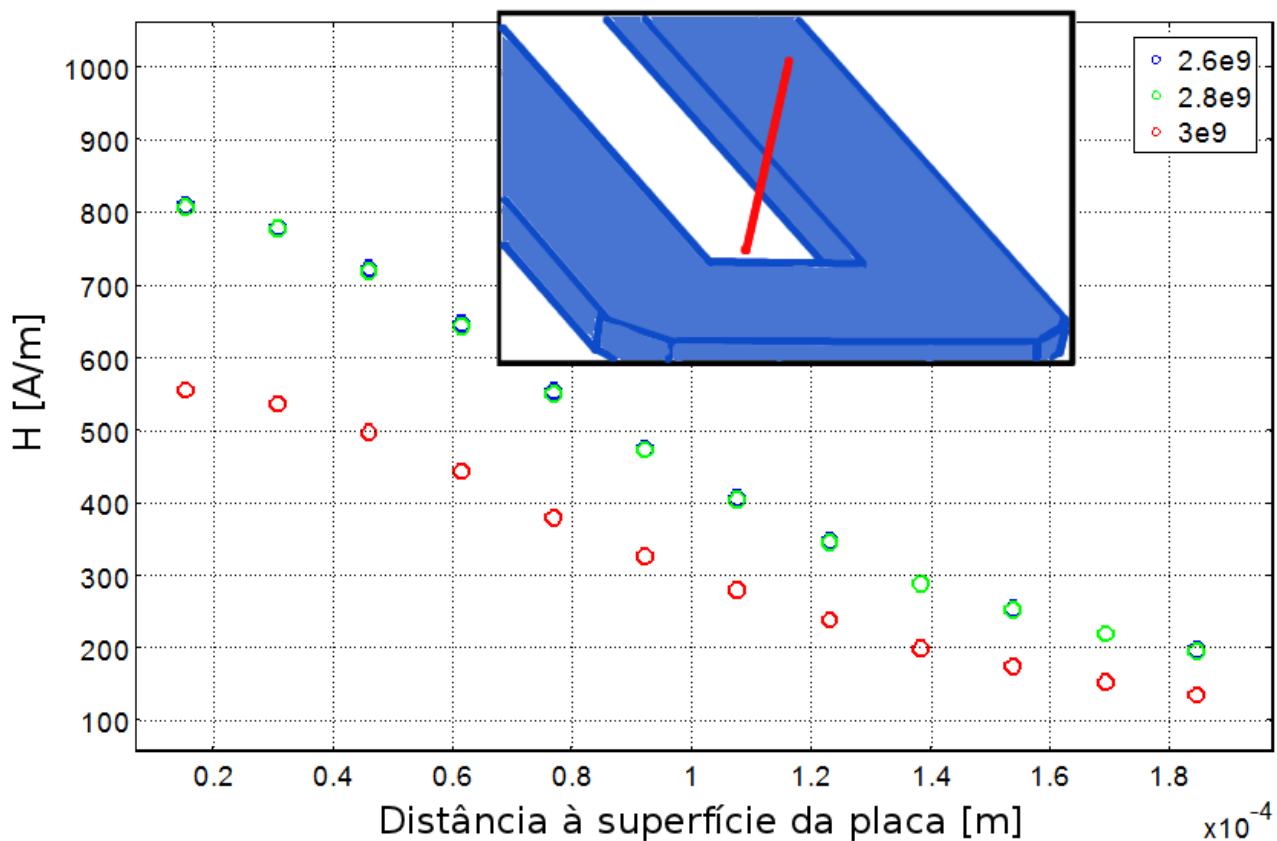


Figura 3.30: Perfil do módulo do campo magnético perpendicular ao plano da placa de circuito impresso (eixo z), passando pelo ponto P . O ponto 0 do eixo x no gráfico corresponde ao plano da placa do circuito impresso. As diferentes frequências simuladas são apresentadas em cores diferentes. O detalhe mostra o corte (em vermelho) no qual o perfil foi calculado.

Como estudo final da parte de emissão de RF no COMSOL foi também obtido um gráfico com vetores indicando o sentido e a magnitude do campo magnético devido ao sinal RF na meia-espira, mostrado na Figura 3.31.

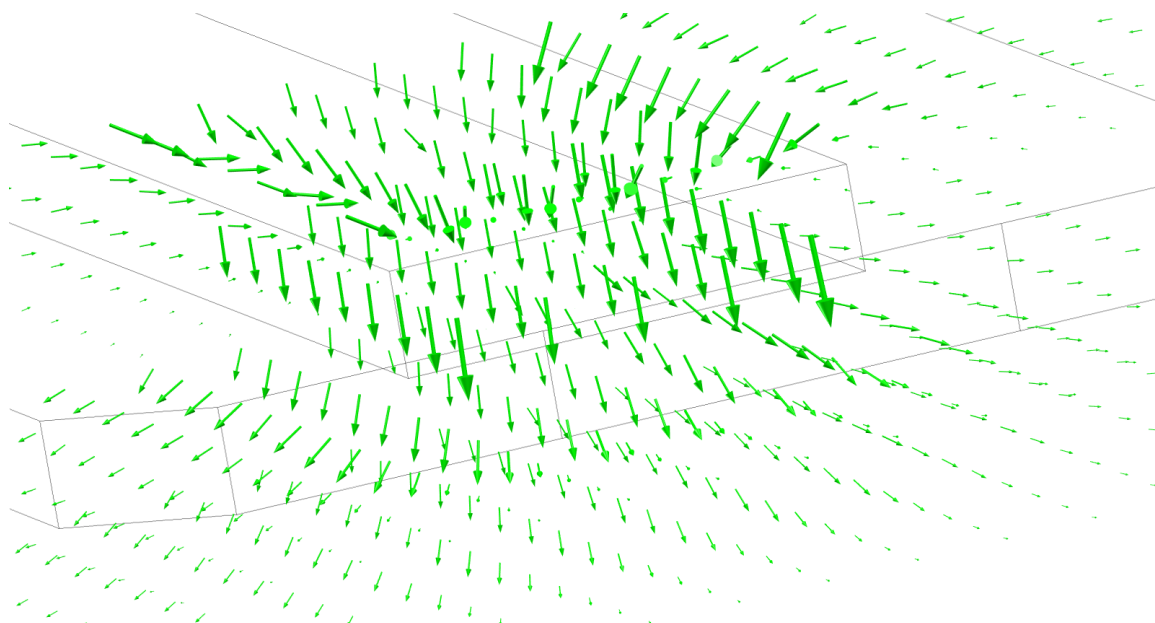


Figura 3.31: Gráfico com vetores indicando o sentido e a magnitude relativa do campo magnético devido ao sinal de RF na região da meia-espira (que está representada apenas por seu contorno, sem preenchimentos para facilitar a visualização dos vetores).

Aproveitando-se a estrutura já construída no COMSOL para aplicação dos sinais de RF, prosseguiu-se com a simulação do resultado esperado no caso de uma medição do campo devido ao sinal de RF com uma espira de medição. Para tal, foi adicionada à simulação uma espira circular feita de um fio cilíndrico de cobre (30 μm de diâmetro, sem isolante ao redor), simulando as espiras construídas e apresentadas no capítulo 3.5.3. Tal espira apresentava diâmetro interno de 405 μm e foi posicionada a uma distância de 80 μm da meia-espira. O par trançado e os cabos de conexão foram ignorados na simulação. A medição foi efetuada nos terminais da espira através de uma porta discreta com 50 Ω de impedância característica.

A espira de medição foi posicionada sobre a meia-espira como mostrado na Figura 3.32, dando-se ênfase para a espira visto que os demais componentes não foram alterados em relação à Figura 3.25. A estimativa de separação de 80 μm considera os 30 μm de espessura do verniz isolante sobre a meia-espira impressa, 10 μm de espessura do esmalte isolante do fio e mais 40 μm de espaço livre entre a espira e a meia-espira. Este posicionamento foi similar ao caso experimental mostrado na Figura 3.24 b). Como resultado da simulação, obteve-se uma tensão induzida de 3,45 mV nos terminais da espira de medição na frequência de 2,8 GHz.

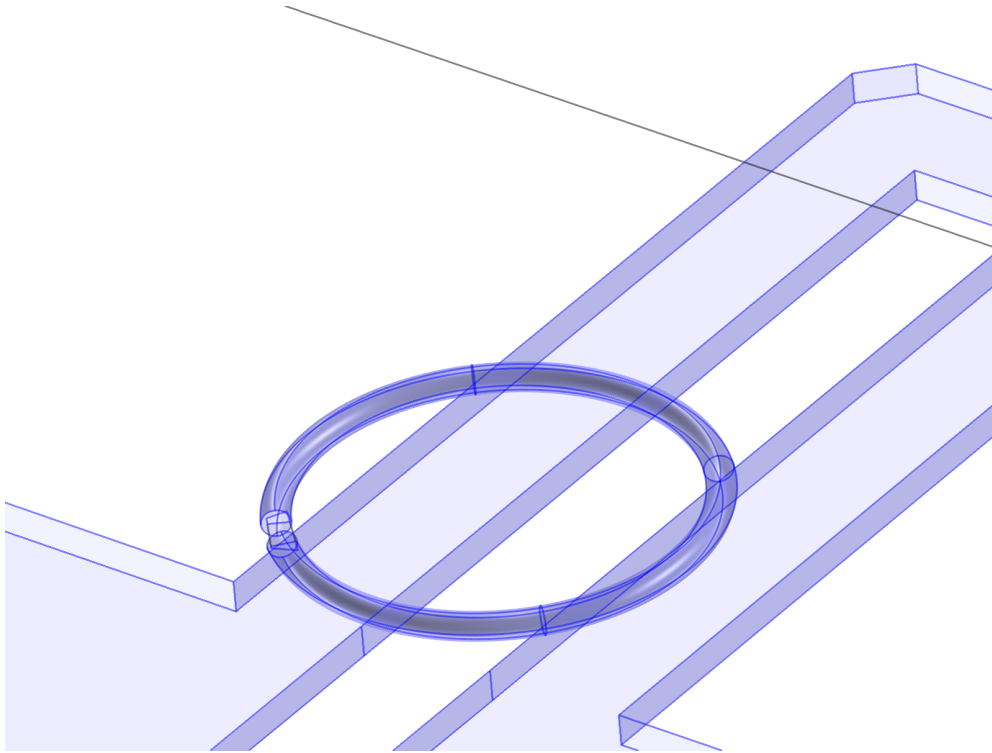


Figura 3.32: Estrutura criada no COMSOL para simular a presença de uma espira de medição na região da meia-espira.

3.5.5 Sincronismo entre Gerador de RF e detector de fluorescência

Para a obtenção de formas de onda da fluorescência em função da frequência foi necessário sincronizar o instrumento de aquisição (Agilent Technologies 4155C) com o gerador de RF. Para isto, a saída “sweep out” do gerador de RF foi conectada ao instrumento de aquisição, tendo seu sinal medido em conjunto com o sinal da fluorescência. Esta saída fornece um sinal em corrente contínua proporcional à frequência do sinal na saída de rádio frequência em cada instante.

O menor valor possível na saída “sweep out” é 0 V e o maior valor é 10 V. Deste modo, quando uma varredura automática na frequência é configurada no gerador de RF, ele fornecerá na saída “sweep out” um sinal que vale 0 V para a menor frequência da varredura, 10 V para sua maior frequência e valores intermediários proporcionais às demais frequências. Assim, pode-se obter o valor da frequência aplicada em cada instante através do sinal “sweep out” pela da fórmula

$$f = \frac{f_{max} - f_{min}}{10} \cdot S_{out} + f_{min} \quad (1)$$

, onde f é a frequência atual, f_{max} é a maior frequência definida na varredura, f_{min} a menor frequência e S_{out} é o valor da saída “sweep out”.

3.6 Aplicação de campos magnetoestáticos

A aplicação de campos magnetoestáticos foi baseada no uso de ímãs permanentes e no controle da distância entre eles e as amostras. Os ímãs escolhidos são cilíndricos, com altura 5,37

mm e diâmetro de 9 mm, sendo compostos de NdFeB. Eles são fixados pela própria força de atração em um suporte ferromagnético colocado abaixo do plano da meia-espira onde ficam as amostras. Deste modo, o campo magnetoestático aplicado é perpendicular ao plano da amostra. Foram feitas marcações nos ímãs para permitir a identificação das polaridades. Quando desejável eles podem ser facilmente removidos.

Para controlar a distância entre os ímãs e as amostras um sistema baseado em uma haste dentada e uma engrenagem fixada num parafuso foi construído. O suporte ferromagnético está colado na haste dentada. Ao girar o parafuso com a engrenagem, esta empurra a haste dentada movendo o suporte ferromagnético mais para perto ou mais para longe das amostras de acordo com o sentido de rotação do parafuso. O alinhamento dos dentes da engrenagem com uma referência permite o ajuste grosseiro da posição do ímã.

Para se obter uma estimativa do campo magnetoestático na região da amostra foi utilizado um sensor de Efeito Hall (Honeywell SS94A1F) posicionado na região onde as amostras são colocadas. Apenas o campo magnetoestático perpendicular ao plano sobre o qual as amostras são colocadas foi medido devido a característica do próprio sensor utilizado.

Verificou-se que quando não há ímã no suporte existe um campo de aproximadamente 22 G devido aos ímãs permanentes do sistema de focalização. A Figura 3.33 apresenta resultados para diversas posições dos ímãs em relação a posição da amostra. Nesta figura foi escolhida a orientação do ímã que permite anular a componente perpendicular ao plano da meia-espira do campo magnético advindo do sistema de focalização. A posição 0 representa a posição da amostra. As demais posições são calculadas em termos da passagem dos dentes da engrenagem pela referência visual. O sistema permite um total de 11 deslocamentos entre os dentes, nos quais o ímã percorre um trecho linear de aproximadamente 29 mm. Deste modo, cada dente corresponde a um deslocamento linear do ímã de aproximadamente 2,64 mm

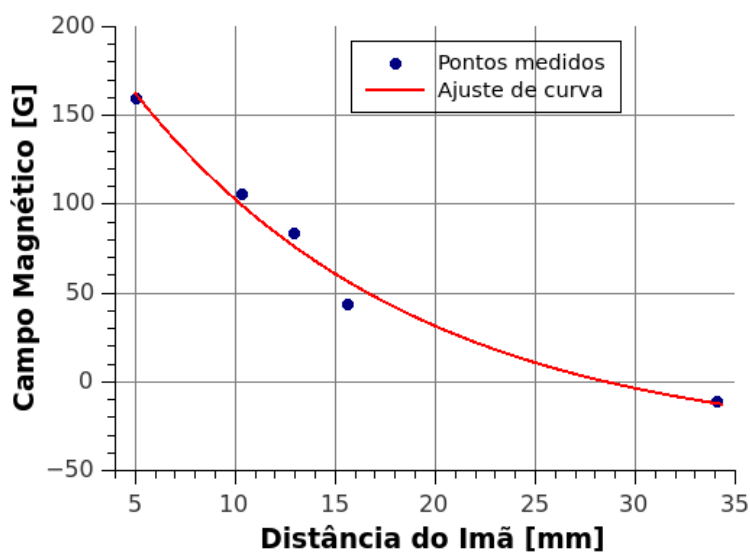


Figura 3.33: Medição aproximada e estimativa do campo magnetoestático devido ao posicionamento de um ímã permanente nas proximidades da amostra. A posição do ímã é medida em relação a passagens dos dentes da engrenagem de ajuste por uma referência visual.

3.7 Montagem física

Para reunir todas as partes do sistema de maneira compacta e estável, foi utilizada uma base em alumínio. Para a fixação da placa de cobre onde estava a placa da meia-espira de aplicação do sinal de RF, o amplificador de RF e seu dissipador, foram feitos 4 furos de 3 mm na estrutura da base. Além disso, fez-se 4 fendas de 3 mm por 8 mm na placa de cobre para permitir seu deslocamento na base, permitindo o ajuste da posição da amostra. Foi realizado um corte retangular em um dos cantos da placa de cobre para permitir sua inserção na base. Todos os furos com rosca e o corte foram realizados pela oficina mecânica do departamento de Física da UFPR. Os diagramas para realização destas modificações foram feitos no software Google SketchUp [28].

O sistema para aplicação de campos magnetoestáticos foi fixado no interior da base de alumínio, abaixo da placa sobre a qual ficam posicionadas as amostras.

Um eixo metálico na base permite a fixação do sistema da lente de focalização. Neste mesmo eixo está a mola que auxilia no posicionamento das lentes na direção do eixo y. Os parafusos de ajuste da focalização na direção dos eixos y e z têm suas rosca feitas em partes da base de alumínio.

O fotodiodo e seu amplificador (ou o foto-espectrômetro), que estão dentro de uma caixa metálica, são fixados na base de alumínio através de uma placa auxiliar de fibra de vidro e parafusos. Esta placa permite a movimentação do fotodiodo em nas direções X e Y em relação à base. Fendas de 15 mm por 3 mm feitas na placa permitem a movimentação do fotodiodo no eixo x através do deslize do ponto onde os parafusos são apertados. Um sistema com molas inseridas em

parafusos permite o ajuste da posição do fotodiodo no eixo y. Não há necessidade de ajustes na direção z pois os sinal da fluorescência é um feixe aproximadamente paralelo quando a lente está focalizada na amostra..

Um diagrama mostrando as partes principais da base em alumínio e da placa de cobre onde fica a bobina de aplicação de RF está na Figura 3.34.

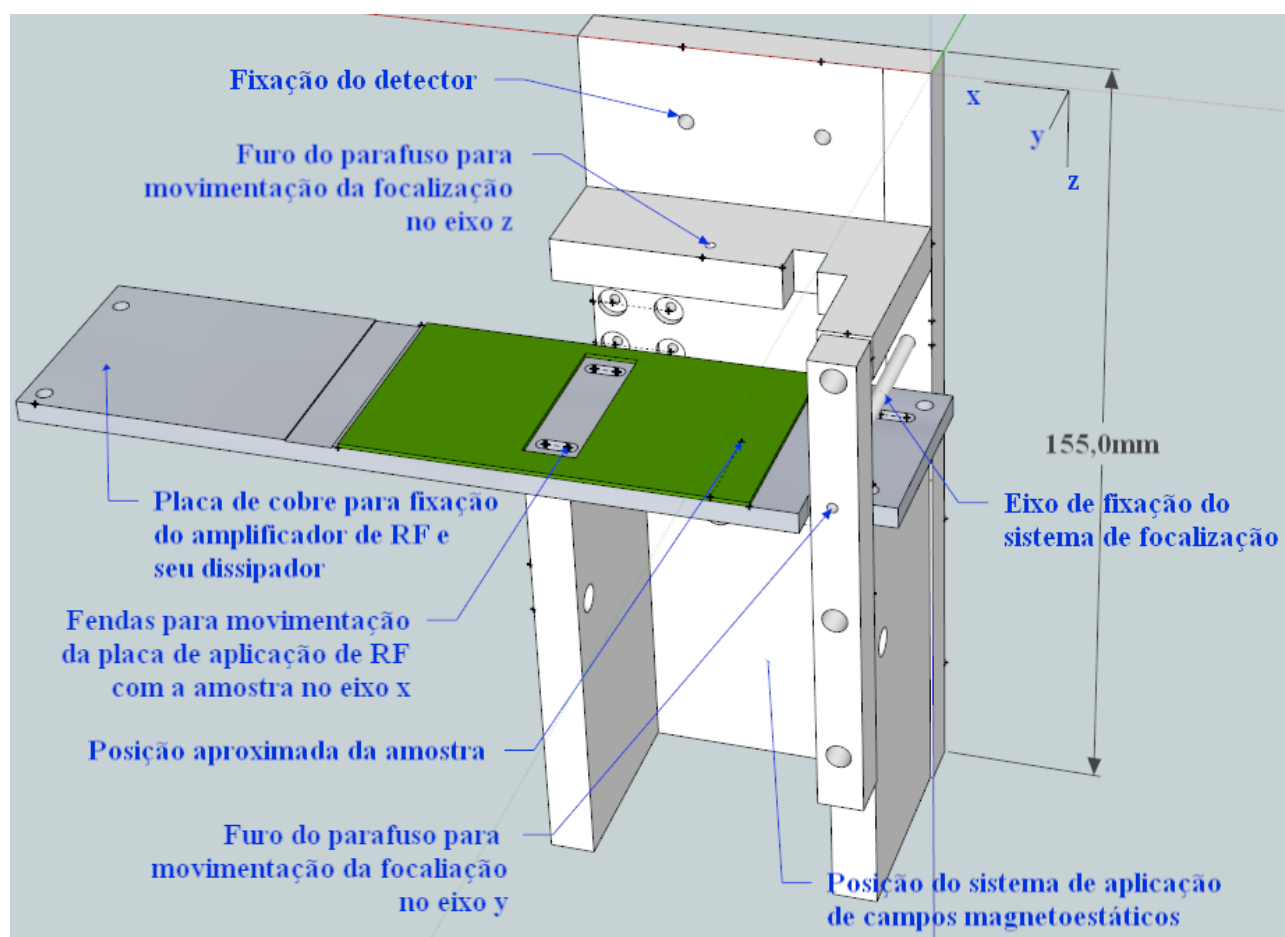


Figura 3.34: Partes principais da base de alumínio que une os diferentes componentes do sistema desenvolvido.

Para garantir a estabilidade do sistema, a montagem foi fixada em uma chapa de alumínio (287 mm X 185 mm). Nesta chapa foi parafusada uma placa de fenolite com conectores, para reunir todas as conexões elétricas num mesmo ponto e organizar os cabos. Uma foto do sistema completo, com a webcam que auxilia na focalização, está na Figura 3.35.

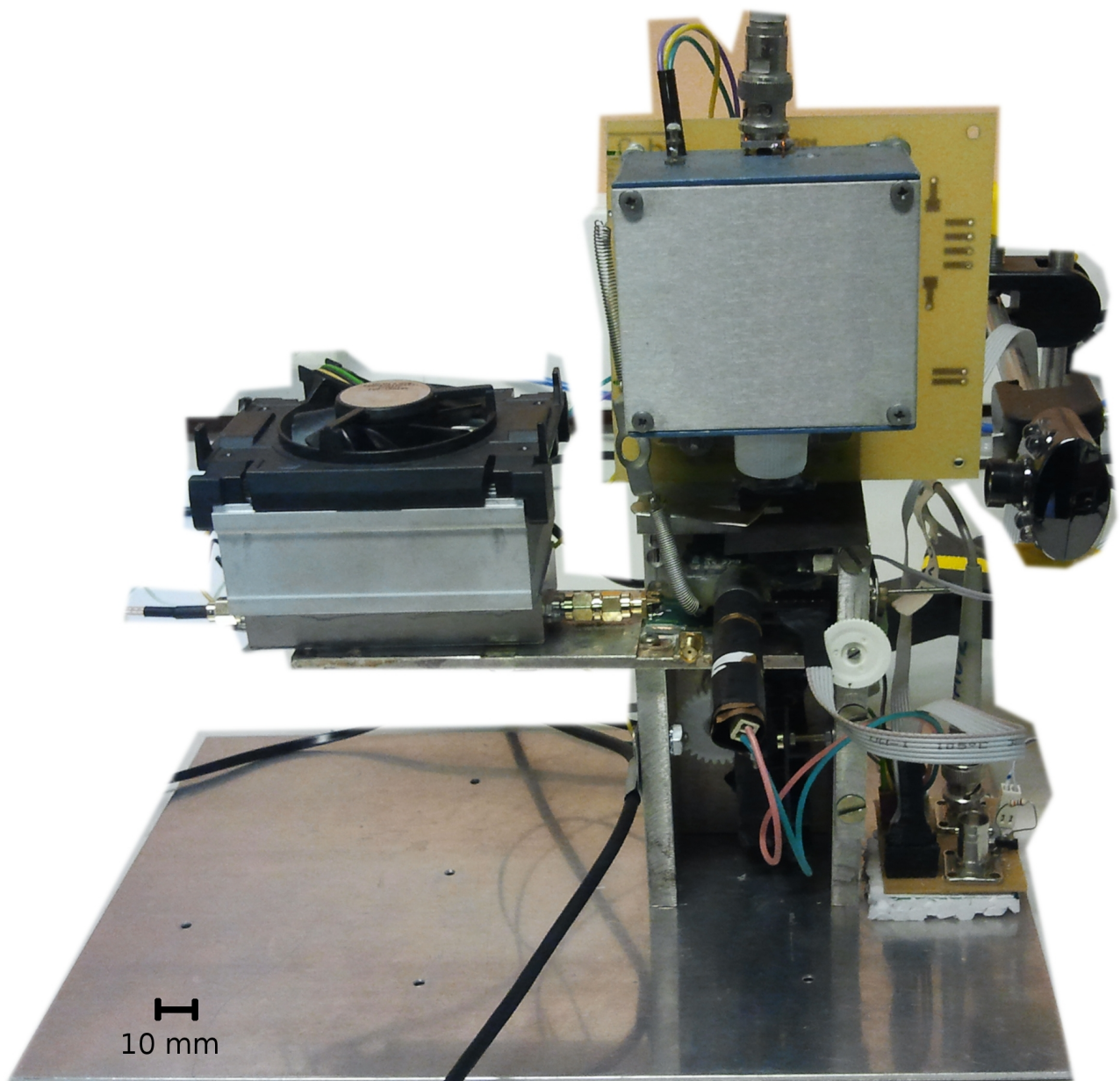


Figura 3.35: Foto do sistema completo desenvolvido montado.

4 RESULTADOS

4.1 Sinais de RF aplicados na região da amostra

4.1.1 Medições efetuadas e comparação com simulações

Foram efetuadas medições do sinal de RF na região da amostra visando à identificação da resposta em frequência da meia-espira e também à determinação do campo magnético presente na região da amostra.

As medições indicaram que a resposta em frequência do conjunto da meia-espira, cabos de conexão e espira de medição não é plana, conforme esperado e mostrado na Figura 4.1.

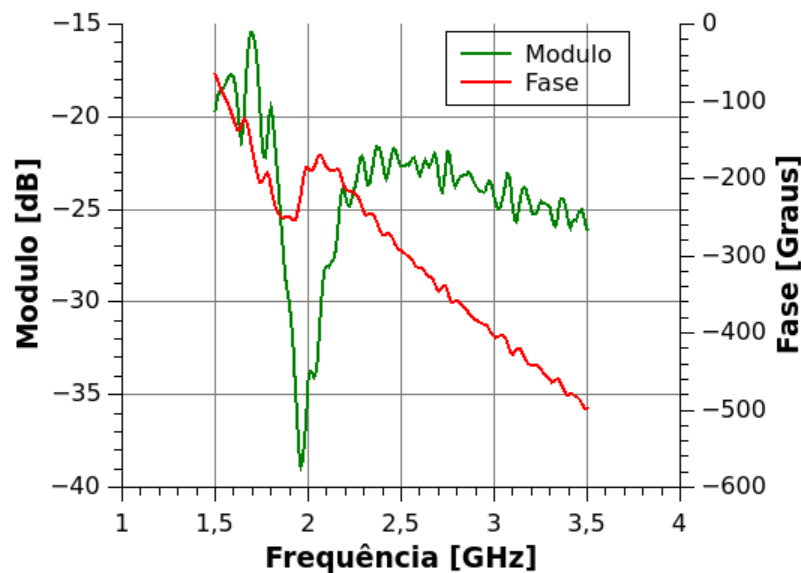


Figura 4.1: Resposta da meia-espira de aplicação de RF medida a partir da espira de medição. Os valores correspondem a diferença do sinal medido em relação à aplicação de um sinal de -8dBm na entrada.

Com o sistema já preparado e com o amplificador, foi então medida a potência de RF na região da amostra. A potência utilizada no gerador de RF foi de -8 dBm . O resultado é apresentado na Figura 4.2. Esta mesma figura mostra o resultado da simulação no COMSOL utilizando como excitação o arquivo de pontos do QUCS com a corrente simulada para este caso.

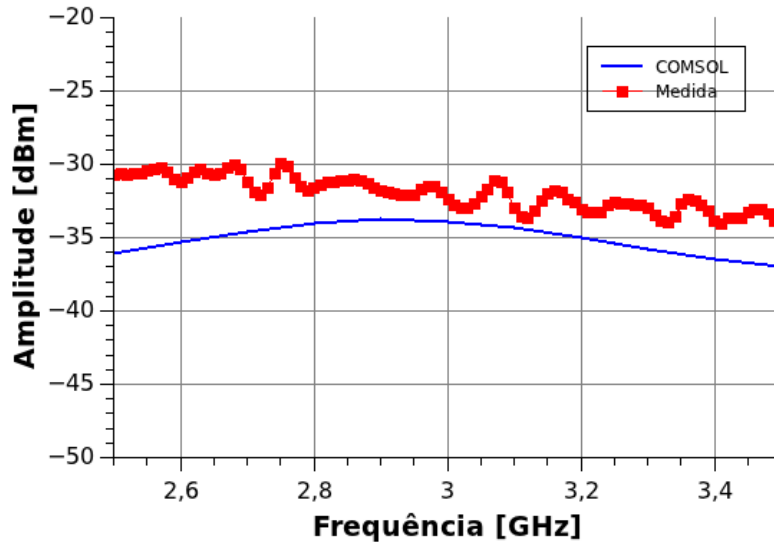


Figura 4.2: Potência medida na espira de medição para aplicação de um sinal de -8dBm na entrada da placa e simulação no COMSOL para a mesma situação.

Pode-se perceber que as potências estão bem próximas, apresentando uma maior divergência nos extremos da faixa de frequência analisada. Essa divergência poderia ser explicada pela atenuação nas conexões e cabos, os quais foram negligenciados na simulação. A forma da curva da simulação indica que para frequências inferiores o modelo pode não estar adequado, eventualmente devido a simulação no COMSOL de apenas um pequeno trecho da linha de transmissão. Porém, para as frequências de interesse os resultados da simulação parecem coerentes e confiáveis.

Para uma das medições, com potência de entrada na placa de -8 dBm , foi realizado um cálculo simplificado do campo magnético presente na região da espira de medição. Para tal, considerou-se a resistência de entrada do analisador de espectro ($50\ \Omega$) para se obter a corrente no mesmo a partir da potência medida. Através desta corrente, a Equação (2) foi utilizada para a obtenção do campo magnético H em função da corrente I circulando numa espira e de seu diâmetro d . Esta equação é válida para espiras cujo comprimento é pequeno em relação ao seu diâmetro, como é o caso em questão. O comportamento do campo magnético obtido é mostrado na Figura 4.3.

$$H = \frac{I}{d} \quad (2)$$

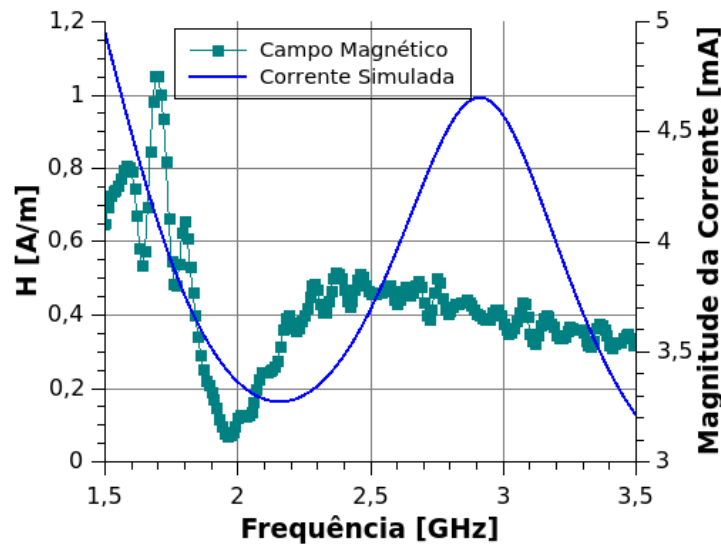


Figura 4.3: Campo magnético calculado na região da espira de medição para alimentação de -8 dBm na entrada da placa de aplicação de sinal de RF. A corrente simulada para esta condição foi colocada no mesmo gráfico para comparação.

Nesta mesma figura, junto com o campo magnético é mostrada a corrente simulada no software *QUCS* para a mesma condição de alimentação. Como esperado, pode-se perceber que há uma semelhança entre as formas destas curvas, especialmente pela presença de um campo magnético mais intenso nas frequências entre 1,5 e 2 GHz e pela presença de um vale próximo à frequência de 2 GHz. A ausência de um pico próximo a 2,87 GHz deve-se provavelmente as características de resposta em frequência da espira de medição. Como já apresentado na Figura 4.2, a potência de saída do sinal acoplado na espira de medição através da simulação no software *COMSOL* é aproximadamente plana em torno desta frequência, fato que também foi observado na prática.

4.2 Excitação e Fluorescência do centro N-V

4.2.1 Sistema Isolado

Foram realizadas diversas medidas de fluorescência com o espectrômetro buscando verificar a presença de centros N-V nas amostras. Tais medidas também permitiram averiguar quais amostras eram mais adequadas para as medidas futuras com RF.

Todas as amostras citadas no Capítulo 3.1 apresentaram sinais de fluorescência mensurável, porém com intensidades diferentes. Em todas as amostras também foi possível verificar, pela alteração do ponto de focalização, regiões onde estavam presentes centros N-V (havia sinal de fluorescência) e regiões onde eles não eram detectáveis. Um exemplo de fluorescência detectada para um diamante de coloração amarelada é mostrado na Figura 4.4.

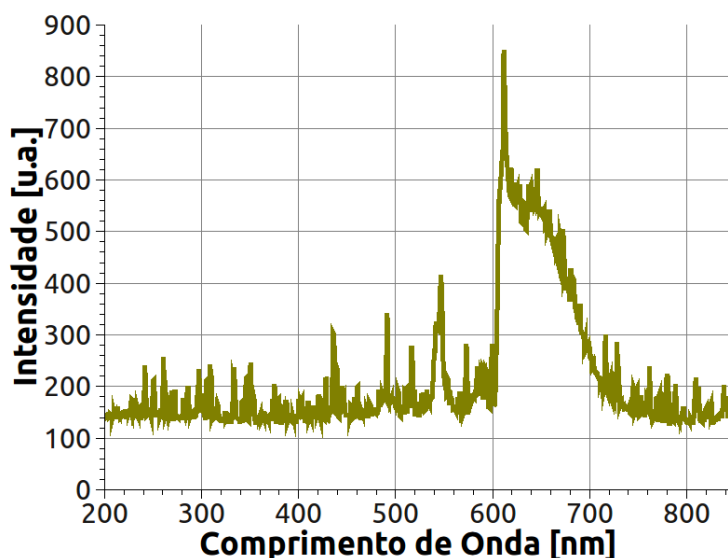


Figura 4.4: Fluorescência medida para uma amostra maciça de diamante amarelado.

Com relação à forma do espectro, houveram algumas variações e peculiaridades entre as amostras. O pico de fluorescência em 611 nanômetros, visível nas figuras Figura 4.4 e Figura 4.5, foi observado em diversas medições tanto nos diamantes brutos como na lixa. O pico em 694 nm mostrado na Figura 4.6, observado em algumas regiões da amostra de lixa, é altamente sensível a posição de focalização. Também foram encontradas regiões de fluorescência sem picos pronunciados. A ocorrência de alterações no formato do espectro é comum devido a tensões mecânicas na estrutura cristalina do diamante. Porém ainda não foi encontrada a explicação para a presença destes picos acentuados em comprimentos de onda específicos.

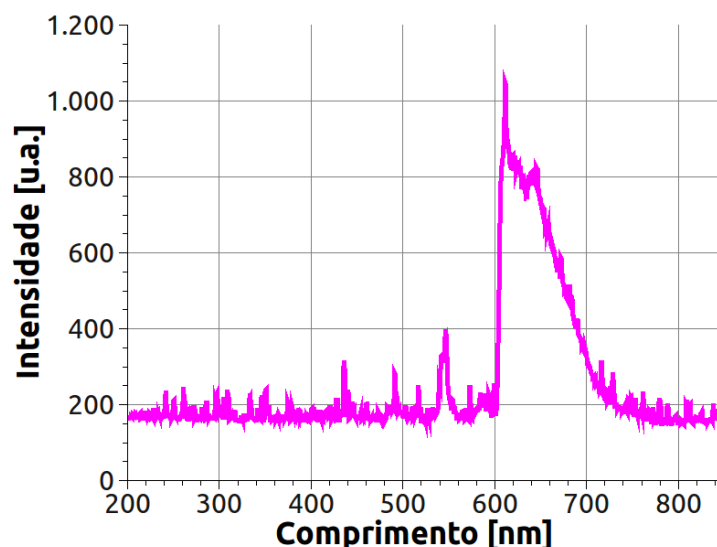


Figura 4.5: Fluorescência medida para um fragmento maciço de uma amostra de diamante rosa. Pode-se perceber um pico pronunciado em 611 nm.

A maior intensidade de fluorescência foi observada nos cristais da lixa de diamante, conforme já era esperado devido ao alto índice de refração deste material. A lixa de diamante permitiu o uso de tempos de integração para a medida com o espectrômetro da ordem de 100 ms, contra até 5000 ms de outras amostras. Devido a isto, inicialmente ela foi escolhida para os testes com sinais de RF.

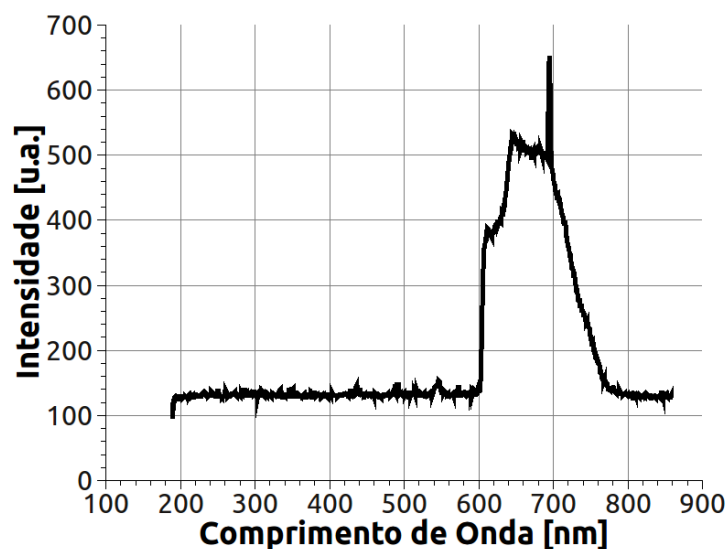


Figura 4.6: Fluorescência medida para a amostra de lixa de diamante. Pode-se visualizar um pico pronunciado em 694 nm.

A amostra retirada do líquido de polimento foi obtida posteriormente às outras amostras. Seu espectro também foi levantado para comparação, e é mostrado na Figura 4.7.

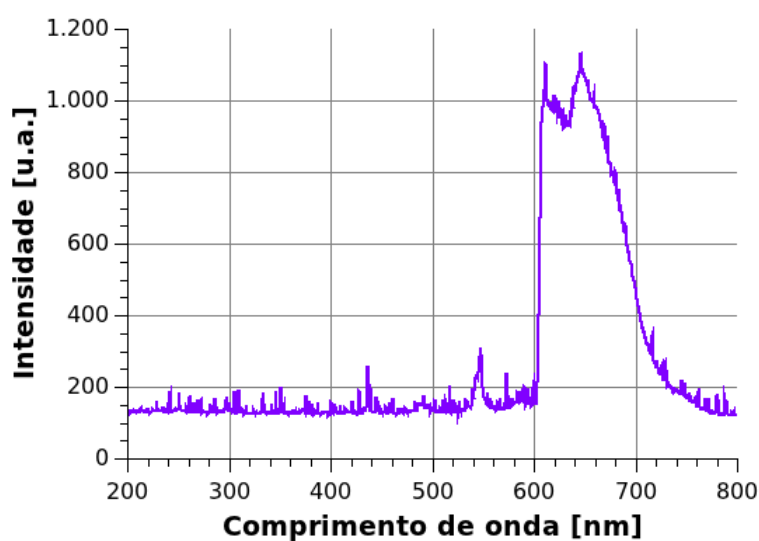


Figura 4.7: Fluorescência medida para a amostra do líquido de polimento.

4.2.2 Imagens confocais

Uma maneira encontrada na literatura de se verificar a presença e identificar a posição de centros N-V em amostras de diamantes é pela geração de imagens confocais da fluorescência (mapa confocal) nas amostras, como apresentado em [3], [4], [6], [21], [29], [30]. Este tipo de imagem pode ser usada para identificar a concentração dos centros N-V em amostras de diamantes brutos ou para verificar a presença de centros em diferentes nanocristais depositados sobre algum material.

O sistema construído pode ser utilizado como um microscópio confocal. Para tal, o feixe de luz do laser deve ser focalizado na amostra através do controle de focalização no eixo z. Feito isso, deve-se variar a posição do ponto de focalização nos eixos x e y utilizando o motor linear e o controle no parafuso e medir a resposta fluorescente da amostra para cada posição. O sistema atual apresenta a limitação de resolução espacial no eixo y de aproximadamente 8 μm devido a movimentação apenas manual com parafuso neste eixo.

A Figura 4.8 a) apresenta uma imagem confocal de fluorescência realizada com o sistema em uma amostra de lixa de diamante, mostrada na Figura 4.8 b). A presença de sinal na maior parte da lixa indica a presença de diamantes na maior parte da mesma, a maioria contendo centros N-V. Isto é condizente com o esperado, uma vez que a granulidade informada da lixa é de 3 μm , menor que a resolução atual do sistema no eixo y. São percebidas aglomerações de cristais de diamante com maior presença de centros N-V, indicadas na imagem com marcações vermelhas. A reta azul marca a posição aproximada da borda da lixa.

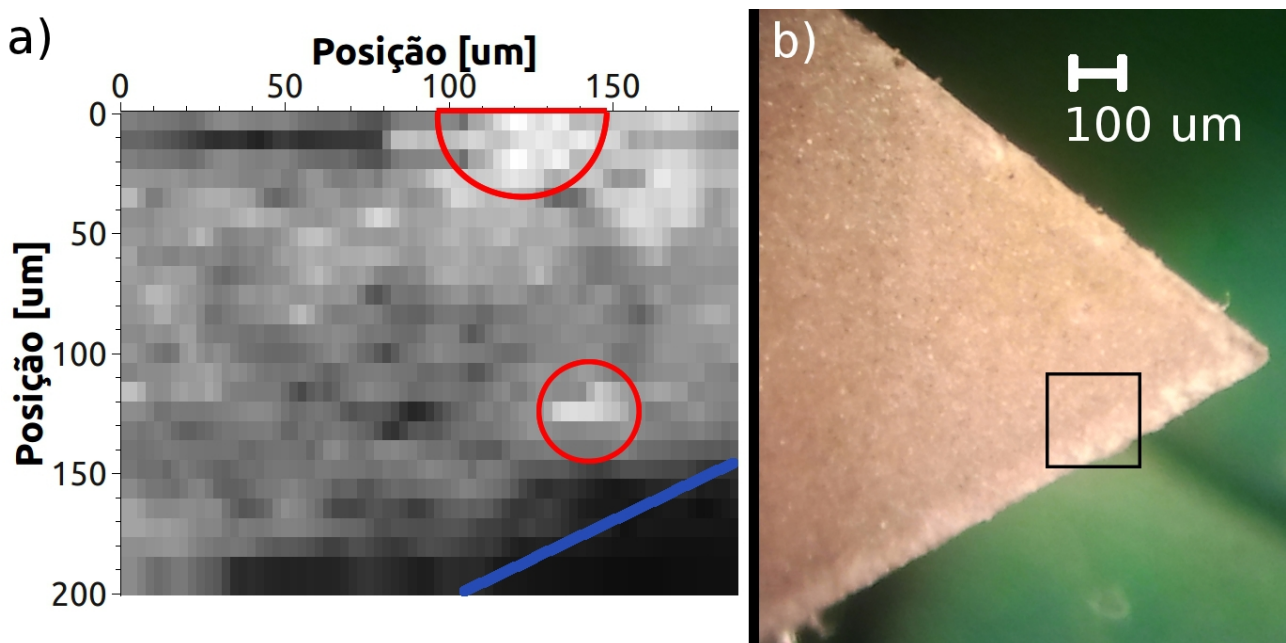


Figura 4.8: Imagem confocal da fluorescência (a) de uma amostra de lixa com cristais de diamante (b). Pode-se perceber em (a) regiões com maior concentração de centros N-V em vermelho. A borda da lixa é indicada pela linha azul. O detalhe em (b) mostra a região aproximada onde a imagem confocal foi feita.

Foi realizada uma tentativa de levantamento da topologia da lixa através do uso de um Microscópio de Força Atômica (AFM, do departamento de Física da UFPR). Pretendia-se comparar os grãos detectados na superfície da amostra pelo AFM (possivelmente diamantes) com a imagem confocal de fluorescência obtida. Porém, as estruturas na superfície da lixa eram maiores do que o microscópio disponível é capaz de escanear, inviabilizando a medição até então.

Para confirmar a medição da fluorescência na região da amostra e verificar os níveis de sinal em uma região sem centros N-V, foi realizada uma medida com a borda da amostra próxima ao centro da imagem, permitindo a visualização de uma região ampla fora da amostra. A Figura 4.9 mostra esta medida como um gráfico de superfície. Vale salientar que esta medição, apesar de relacionada diretamente com o início da superfície da lixa (onde estão os diamantes com centros N-V fluorescentes), não é uma representação fiel da topologia da superfície. Antes, ela representa a intensidade de fluorescência, relacionada com a quantidade de centros N-V em cada região da amostra. A ausência de picos na região azul (fora da amostra, parte esquerda e abaixo da imagem) demonstra coerência na medição, pois nesta área não existem cristais de diamante e consequentemente não há sinal de fluorescência.

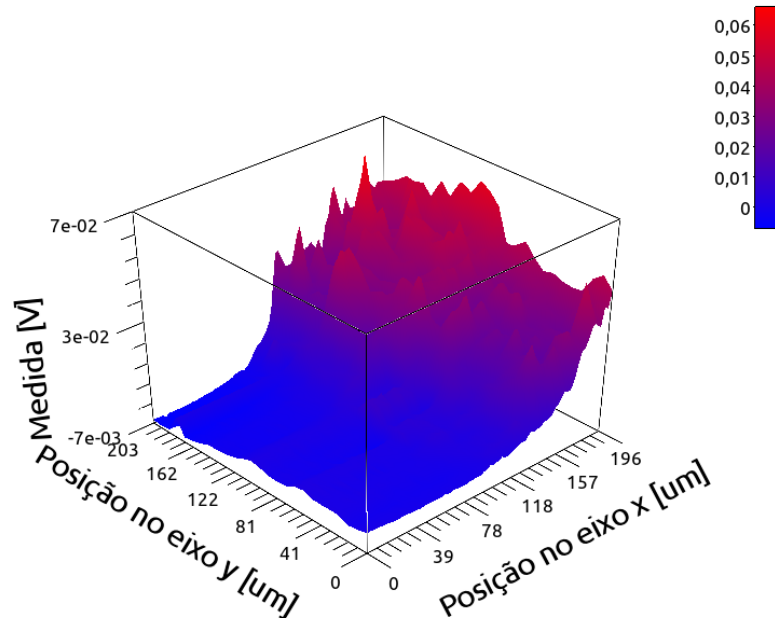


Figura 4.9: Intensidade da fluorescência medida na borda de uma amostra de lixa com cristais de diamante. Percebe-se a ausência de sinal de fluorescência na região fora da amostra na à esquerda e abaixo na figura, como esperado.

4.2.3 Tentativa de interação do sinal de fluorescência com sinais de RF

Prosseguiu-se então com a medição da interação entre o sinal de RF e a fluorescência. Era esperada uma redução na fluorescência quando aplicado um sinal de RF próximo a 2,87 GHz em conjunto com a excitação luminosa na amostra. Com relação à magnitude da redução esperada, Lai

et al. [19] relatam uma redução em torno de 10 % na fluorescência quando presente um sinal de RF na frequência citada. Já Manson et al. [13] relatam uma redução no sinal da fluorescência de 14 % quando da aplicação de um campo magnetoestático de 500 G.

As medições apresentaram redução da fluorescência quando aplicadas frequências diferentes da esperada, como mostrado na Figura 4.10 para diversas das amostras utilizadas no decorrer do projeto. As amostras de lixa com granulidade de 0,3 μm e de nanocristais advindos do líquido de polimento apresentaram redução na fluorescência aproximadamente na mesma frequência central de 2,67 GHz, inferior ao esperado de 2,87 GHz na ausência de campos magnetoestáticos. A amostra de líquido de polimento apresentou redução na fluorescência em uma frequência ainda menor. Como havia a presença de um campo magnetoestático (22 G) devido aos ímãs do sistema de focalização, era esperado que a redução não ocorresse exatamente em 2,87 GHz. Porém deveriam haver 2 vales na fluorescência igualmente espaçados desta frequência central, o que não ocorre para todas as medidas. Dentre as medidas apresentadas na Figura 4.10 apenas para a amostra de fragmento de diamante bruto ocorrem 2 vales, porém eles não estão igualmente espaçados da frequência de 2,87 GHz. A separação total entre eles, de aproximadamente 45,2 MHz, corresponderia a um campo de 4 G caso fosse considerado que, por algum motivo, a frequência central fosse alterada.

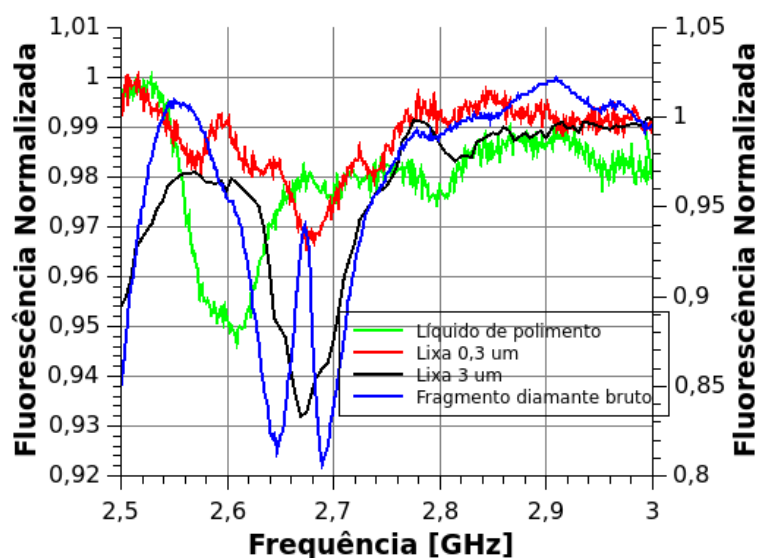


Figura 4.10: Interação entre o sinal da fluorescência e sinais de RF para diversas amostras. A medida da lixa com granulidade de 3 μm está associada ao eixo da direita, as demais ao eixo da esquerda.

Nestas medidas a redução na fluorescência foi mais significativa nas amostras com tamanho físico maior (lixa com granulidade 3 μm e diamante bruto).

Foram realizadas medidas utilizando diversas potências de sinal de RF na entrada. Isso visava averiguar o efeito da alteração da magnitude do campo magnético devido ao sinal de RF no

sinal da fluorescência. Alguns resultados são apresentados na Figura 4.11 para uma amostra de fragmento de diamante bruto. Pode-se perceber nesta figura que quanto maior a magnitude do sinal de RF, menor é a fluorescência nas frequências onde ocorre a redução. Isto aconteceu para todas as amostras testadas.

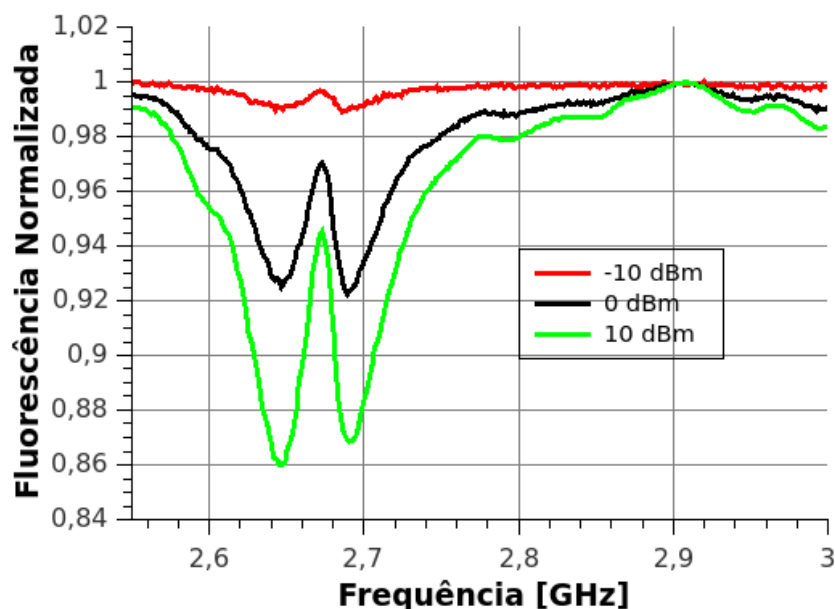


Figura 4.11: Efeito da variação da amplitude do sinal de RF na fluorescência para uma amostra de diamante bruto. Os valores apresentados na legenda referem-se à potência do sinal na saída do gerador de RF.

4.2.4 Tentativa de interação do sinal de fluorescência com sinais de RF e campos magnetoestáticos

Após a verificação da resposta fluorescente com os sinais de RF, foram adicionados campos magnetoestáticos na região da amostra. Não foi observada mudança nas frequências nas quais ocorrem os mínimos da fluorescência com a alteração da magnitude do campo magnetoestático. Para alguns casos, observou-se uma leve diferença na magnitude do sinal de fluorescência na frequência de mínimo quando era alterado o valor do campo magnetoestático, como pode ser percebido na Figura 4.12 para uma amostra de diamante bruto. Nesta medida a potência do sinal de RF na saída do gerador era de 0 dBm.

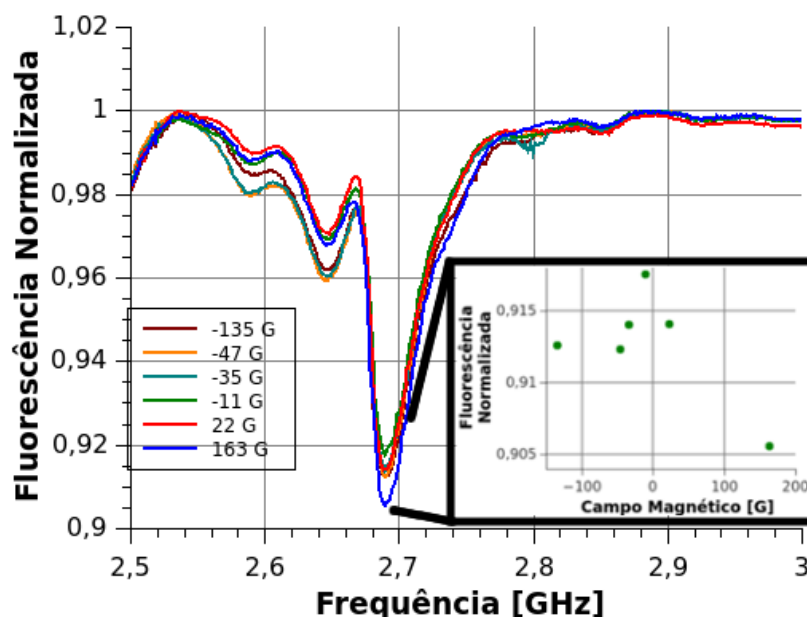


Figura 4.12: Alteração da resposta fluorescente de uma amostra de diamante bruto quando da aplicação conjunta de campos magnetoestáticos (legenda) e sinais de RF. O quadro mostra os valores dos mínimos de fluorescência em relação ao campo magnetoestático aplicado.

Tentou-se efetuar medidas com varreduras em faixas frequências mais restritas (aumentar a resolução) e em faixas mais amplas, como apresentado na Figura 4.13 para uma amostra de lixa de diamante (granulidade de 3 μm). Nesta medida é observada a presença de vales em outras frequências, como aproximadamente em 1,7 GHz e em 2,46 GHz. Porém não se observou o resultado esperado da variação da frequência dos mínimos com alteração da magnitude do campo magnetoestático. Outra tentativa realizada foi a aplicação de campos magnetoestáticos em sentidos perpendiculares ao previsto pelo sistema inicialmente construído. A magnitude destes campos não foi medida, mas a alteração da polaridade do ímã não apresentou mudança significativa no sinal da fluorescência. Salientando que além das medidas aqui apresentadas foram realizadas muitas outras que foram omitidas neste trabalho, visto que elas não apresentam resultados diferentes dos já mostrados.

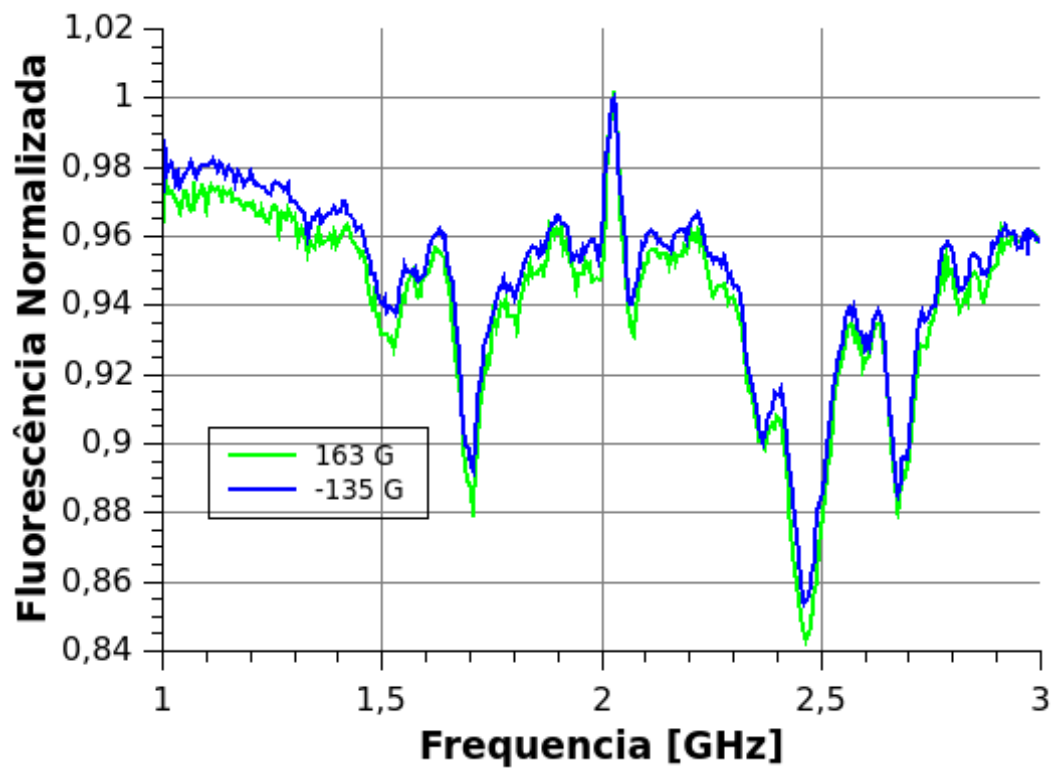


Figura 4.13: Alteração da resposta fluorescente de uma amostra de diamante bruto quando da aplicação conjunta de campos magnetoestáticos (legenda) e sinais de RF para uma faixa de frequência de 1 GHz a 3 GHz. Não foram detectadas alterações significativas na intensidade de fluorescência nesta faixa de frequência devido aos campos magnetoestáticos.

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

O sistema desenvolvido para estudo dos centros N-V foi capaz de medir a fluorescência em diversas amostras de diamante. A resolução espacial do sistema de focalização permitiu a distinção de regiões, na mesma amostra, com a presença e ausência de fluorescência, indicando a capacidade de detecção de diferentes nichos de centros N-V.

O sistema final é compacto, com apenas 287 mm x 185 mm x 235 mm, pesando aproximadamente 2 kg e compatível com geradores de RF com conector SMA. A capacidade de gerar imagens ampliadas da região da amostra com o próprio sistema facilita a focalização em regiões desejadas e permite o posicionamento de amostras sem a necessidade do uso de um microscópio externo. A potência luminosa inicialmente utilizada de 100 mW precisou ser reduzida para 1/4 desse valor, de modo a não danificar as placas quando focalizada. O sinal da fluorescência foi facilmente detectado, indicando a capacidade de operação com lasers de feixe contínuo e potência baixa. A detecção de fluorescência em todas as amostras indica que elas são adequadas e que centros N-V são defeitos comuns nos mais diversos tipos de diamante.

A aplicação de sinais de RF na amostra apresentou alguns desafios a serem resolvidos. As variações da potência de RF com a frequência foi um obstáculo superado pela blindagem do Laser e adição de um filtro na sua alimentação. As medições indicaram que as otimizações para aplicação de sinais de RF foram bem sucedidas. As alterações nos sinais de fluorescência indicam que o sinal de RF presente na região da amostra é suficiente para interagir com a mesma.

Apesar da presença no sistema da capacidade de aplicação do sinal de excitação luminosa, de sinais de RF e de campos magnetoestáticos, não foi possível se obter a resposta esperada da interação da fluorescência com estes estímulos. Uma possível causa para este problema é a presença de outras impurezas (seja outros defeitos nos diamantes, seja outras substâncias) que também apresentem características óticas similares aos centros N-V e estejam sendo predominantes nas medições. Pode-se perceber pelas medições que existe uma interação significativa da fluorescência com a aplicação de sinais de RF, especialmente próximo das frequências de 2,5 e 2,7 GHz. Porém não foi observado alteração destas frequências na presença de campos magnetoestáticos.

A obtenção de nanocristais ultra puros de diamante e a melhoria do sistema de focalização, permitindo maior precisão no posicionamento e redução da área focalizada poderiam possibilitar a medição da interação entre campos magnetoestáticos, sinais de RF e a fluorescência. Uma vez obtida tal interação, a melhoria da exatidão e precisão do sistema de aplicação de campos magnetoestáticos seria o próximo passo a ser dado para estudo dos centros N-V.

Referências Bibliográficas

- [1]: Budker, D & Romalis, M., Optical magnetometry, *Nature Phys.*, **3**, 227-234, (2007).
- [2]: W. L. Yang, Y. Hu, Z. Q. Yin, Z. J. Deng & M. Feng, Entanglement of nitrogen-vacancy-center ensembles using transmission line resonators and a superconducting phase qubit, *Phys. Rev. A*, **83**, 022302, (2011).
- [3]: Gopalakrishnan Balasubramanian, I. Y. Chan, Roman Kolesov, Mohannad Al-Hmoud, Julia Tisler, Chang Shin, Changdong Kim, Aleksander Wojcik, Philip R. Hemmer, Anke Krueger, Tobias Hanke, Alfred Leitenstorfer, Rudolf Bratschitsch, Fedor Jelezko & Jörg Wrachtrup, Nanoscale imaging magnetometry with diamond spins under ambient conditions, *Nature*, **455**, 648, (2008).
- [4]: Igor Aharonovich, Stefania Castelletto, David A. Simpson, Alastair Stacey, Jeff McCallum, Andrew D. Greentree, & Steven Prawer, Two-Level Ultrabright Single Photon Emission from Diamond Nanocrystals, *Nano Lett.*, **9**, 3191-3195, (2009).
- [5]: J. Harrisson, M. J. Sellars & N. B. Manson, Measurement of the optically induced spin polarisation of N-V centres in diamond, *Diamond Relat. Mater.*, **15**, 586-588, (2006).
- [6]: A. Drabenstedt, L Fleury, C. Tietz, F. Jelezko, S. Kilin, A. Nizovtev & J. Wrachtrup, Low-temperature microscopy and spectroscopy on single defect centers in diamond, *Phys. Rev. B*, **60**, 11503-11508, (1999).
- [7]: M. Bowen, M. Bibes, A. Barthélémy, J.-P. Contour, A. Anane, Y. Lemaître, & A. Fert, Nearly total spin polarization in La₂/3Sr₁/3MnO₃ from tunneling experiments, *Appl. Phys. Lett.*, **82**, 233, (2003).
- [8]: J. R. Maze, P. L. Stanwix, J. S. Hodges, S. Hong, J. M. Taylor, P. Cappellaro, L. Jiang, M. V. Gurudev Dutt, E. Togan, A. S. Zibrov, A. Yacoby, R. L. Walsworth & M. D. Lukin, Nanoscale magnetic sensing with an individual electronic spin in diamond, *Nature*, **455**, 644, (2008).
- [9]: Willian D. Callister, Jr., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5ª Edição, LTC, (2002).
- [10]: Davies, G.; Hamer, M. F., Optical Studies of the 1.945 eV Vibronic Band in Diamond, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, **348**, 1934-1990, (1976).
- [11]: Mita, Yoshimi, Change of absorption spectra in type-Ib diamond with heavy neutron irradiation, *Phys. Rev. B*, **53**, 11360, (1996).
- [12]: Loubser, J H N; Wyk, J A van, Electron spin resonance in the study of diamond, *Reports on Progress in Physics*, **41**, 1201, (1978).
- [13]: N. B. Manson, J. P. Harrison, and M. J. Sellars, Nitrogen-vacancy center in diamond: Model of the electronic structure and associated dynamics, *Phys. Rev. B*, **74**, 104303, (2006).
- [14]: N.B. Manson, R.L. McMurtrie, Issues concerning the nitrogen-vacancy center in diamond, *J. Lumin.*, **127**, 98-103, (2007).
- [15]: Wikimedia Foundation, Inc, *Nitrogen-vacancy center - Wikipedia, the free encyclopedia*, (2011), http://en.wikipedia.org/wiki/Nitrogen-vacancy_center, Acesso em 13/11/2011.
- [16]: F. Jelezko, I. Popa, A. Gruber, C. Tietz, & J. Wrachtrup, Single spin states in a defect center resolved by optical spectroscopy, *Appl. Phys. Lett.*, **81**, 2160-2162, (2002).
- [17]: H. Hanzawa, Y. Nisida, T. Kato, Measurement of decay time for the NV centre in Ib diamond with a picosecond laser pulse, *Diamond Relat. Mater.*, **6**, 1595-1598, (1997).
- [18]: J.P. Goss, R. Jones, S.J. Breuer, P.R. Briddon, S. Oberg, The Twelve-Line 1.682 eV Luminescence Center in Diamond and the Vacancy-Silicon Complex, *Phys. Rev. Lett.*, **77**, 3041, (1996).
- [19]: Ngoc Diep Lai, Dingwei Zheng, Fedor Jelezko, François Treussart & Jean-François Roch, Influence of a static magnetic field on the photoluminescence of an ensemble of nitrogen-vacancy color centers in a diamond single-crystal, *Appl. Phys. Lett.*, **95**, 133101, (2009).
- [20]: D. Halliday, R. Resnick & J. Walker, *Fundamentos de Física 4 - Óptica e Física Moderna*, 6ª Edição, LTC, (2003).

- [21]: G. D. Fuchs, V. V. Dobrovitski, D. M. Toyli, F. J. Heremans & D. D. Awschalom, Gigahertz Dynamics of a Strongly Driven Single Quantum Spin, *Science*, **356**, 1520, (2009).
- [22]: V. M. Acosta, E. Bauch, M. P. Ledbetter, C. Santori, K.-M. C. Fu, P. E. Barclay, R. G. Beusoleil, H. Linget, J. F. Roch, F. Treussart, S. Chemerisov, W. Gawlik, & D. Budker, Diamonds with a high density of nitrogen-vacancy centers for magnetometry applications, *Phys. Rev. B*, **80**, 115202, (2009).
- [23]: Circuibras, *CIRCUIBRAS > PLACAS DE CIRCUITOS IMPRESSOS - Alta Tecnologia e Flexibilidade para Produção e Fornecimento de Placas de Circuitos Impressos Complexos*, (2007), <http://www.circuibras.com.br/>, Acesso em 20/11/2011.
- [24]: Qucs team, *Qucs project: Quite Universal Circuit Simulator*, (2011), <http://qucs.sourceforge.net/>, Acesso em 20/11/2011.
- [25]: Griffiths, David, Introduction to Electrodynamics, 3ª Edição, Prentice Hall, (1999).
- [26]: Agilent, *Touchstone File Format*, (2008), http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/genesys200801/sim/linear_sim/sparams/touchstone_file_format.htm, .
- [27]: COMSOL, *COMSOL Multiphysics Simulation Software - COMSOL*, (2011), <http://www.comsol.com/products/multiphysics/>, Acesso em 20/11/2011.
- [28]: Google, *Google SketchUp*, (2011), <http://sketchup.google.com/>, Acesso em 29/11/2011.
- [29]: Gopalakrishnan Balasubramanian, Philipp Neumann, Daniel Twitchen, Matthew Markham, Roman Kolesov, Norikazu Mizuochi, Junichi Isoya, Jocelyn Achard, Johannes Beck, Julia Tissler, Vincent Jacques, Philip R. Hemmer, Fedor Jelezko & Jörg Wrachtrup, Ultralong spin coherence time in isotopically engineered diamond, *Nature Mater.*, **8**, 383, (2009).
- [30]: R. Hanson, V. V. Dobrovitski, A. E. Feiguin, O. Gywat, D. D. Awschalom, Coherent Dynamics of a Single Spin Interacting with an Adjustable Spin Bath, *Science*, **320**, 352, (2008).
- [31]: Mathew N. O. Sadiku, Elementos de Eletromagnetismo, 3ª Edição, Bookman, (2004).
- [32]: The MathWorks, Inc., *MATLAB - The Language Of Technical Computing*, (2011), <http://www.mathworks.com/products/matlab/>, Acesso em 17/11/2011.
- [33]: Singh, S., *Magnetic field due to current in straight wire*, (2009), <http://cnx.org/content/m31103/1.10/>, Acesso em 21/11/2011.

ANEXO A – Curvas de resposta dos filtros ópticos

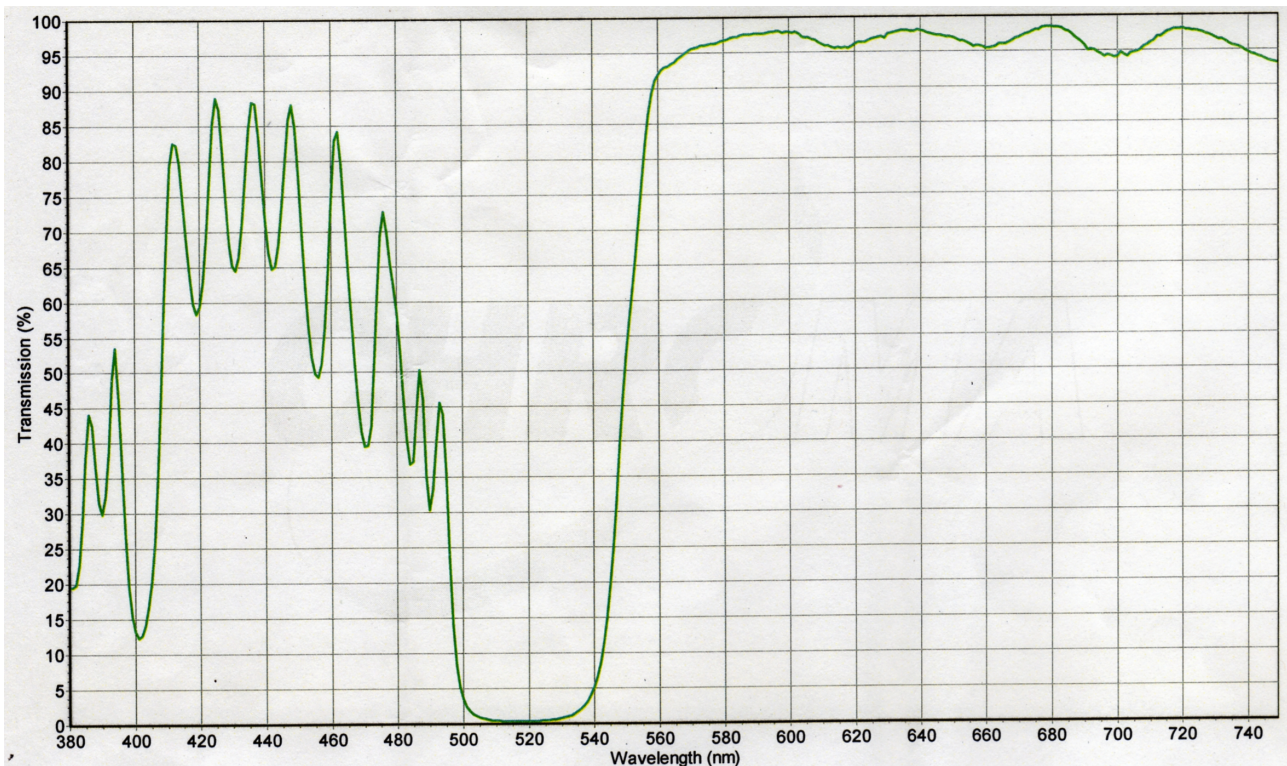


Figura A1: Resposta do prisma dicróico Z532rdc. A resposta acima foi enviada pela empresa produtora do filtro, sendo medida para a peça utilizada no projeto.

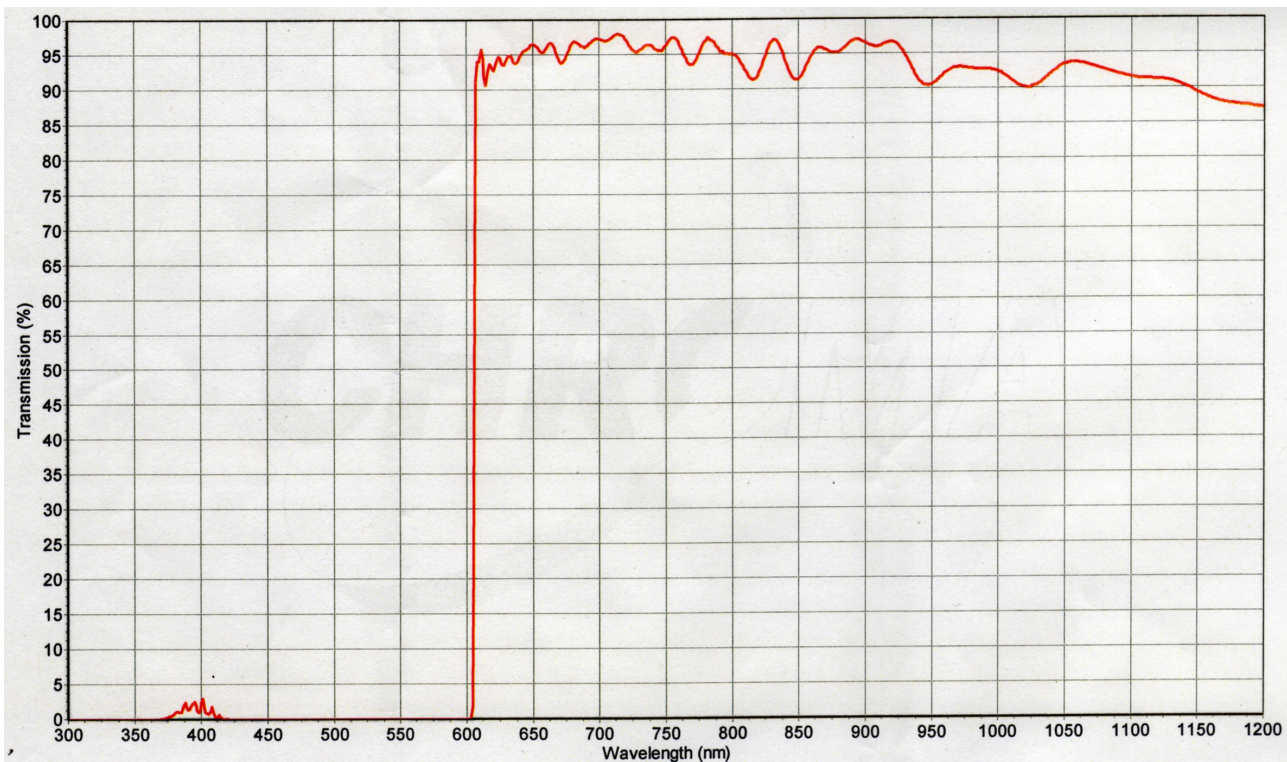


Figura A2: Resposta do filtro óptico HQ605LP. A resposta acima foi enviada pela empresa produtora do filtro, sendo medida para a peça utilizada no projeto.

ANEXO B – Estimativa do Comprimento da Linha de Transmissão

Para se obter uma estimativa inicial do comprimento L_t da linha de transmissão capaz de maximizar a corrente circulante na meia-espira foi feito um cálculo analítico simplificado. A estrutura foi considerada como uma linha de transmissão com uma carga puramente indutiva. Isso foi feito levando-se em conta que a impedância da meia-espira calculada na simulação do QUCS é predominantemente reativa ($0,522 + j41,8$ em 2,87 GHz). Assim, considerando a teoria de linhas de transmissão [31], sabe-se que

$$Z = Z_0 \frac{Z_L + iZ_0 \tan(\beta \cdot d)}{Z_0 + iZ_L \tan(\beta \cdot d)} \quad (3)$$

, onde Z é a impedância vista de um ponto da linha de transmissão, Z_L é a impedância da carga na terminação da linha, Z_0 é a impedância característica da linha, d é a distância entre o ponto do cálculo e a carga. O valor de β é $2\pi/\lambda$, onde λ é o comprimento de onda na frequência considerada. Nesta aproximação inicial, a impedância Z vista a partir da entrada será igualada a 0. Assim, isolando-se d , (3) se reduz a

$$d = \frac{\arctan\left(\frac{-Z_L}{iZ_0}\right)}{\beta} \quad (4)$$

Considerando apenas a parte imaginária de Z_L , usando-se algumas propriedades da tangente e levando-se em conta a propriedade de repetidor de impedância de linhas de transmissão [31], chega-se a um comprimento d de $0,89 \lambda$. Considerando o comprimento já presente no conector SMA (23 mm, aproximadamente $0,32 \lambda$ no meio do conector), o comprimento do trecho de linha de transmissão L_t escolhido foi de 33 mm ($\sim 0,57 \lambda$, na linha de transmissão em 2,87 GHz, completando os $0,89 \lambda$ desejados). Vale dizer que a propriedade de repetidor de impedância citada foi utilizada para manter a meia-espira numa posição mais central da placa, o que facilitaria o posicionamento dela em relação às demais partes do sistema.

Com o comprimento escolhido espera-se minimizar a impedância vista da entrada e assim maximizar a corrente circulando na meia-espira.

ANEXO C – Cálculo analítico simplificado do campo na meia-espira

Para estimar-se o campo magnético esperado na meia-espira, cada trecho de stripline que faz parte da meia-espira foi modelado como 2 fios paralelos com secção transversal infinitesimal, posicionados nas extremidades do que seria a stripline. Metade da corrente total I na meia-espira passa por cada um destes fios. Essa corrente (362 mA) foi retirada da simulação no QUCS para comprimento de 1 mm da bobina, frequência de 2,87GHz e alimentação de 0dBm antes do amplificador. Desta maneira leva-se em conta simplificada o efeito de borda, presente já de maneira acentuada na frequência em questão (2,87 GHz). Os dois trechos paralelos mais longos da bobina foram modelados como fios semi-infinitos, pois considerou-se que seu comprimento de 1 mm era muito maior que a separação entre eles de 155 μm . O ponto de calculo do campo magnético está posicionado bem próximo da extremidade finita deles, distante 77,5 μm do fio que liga o loop mais interno da estrutura simulada, como mostrado na Figura C1.

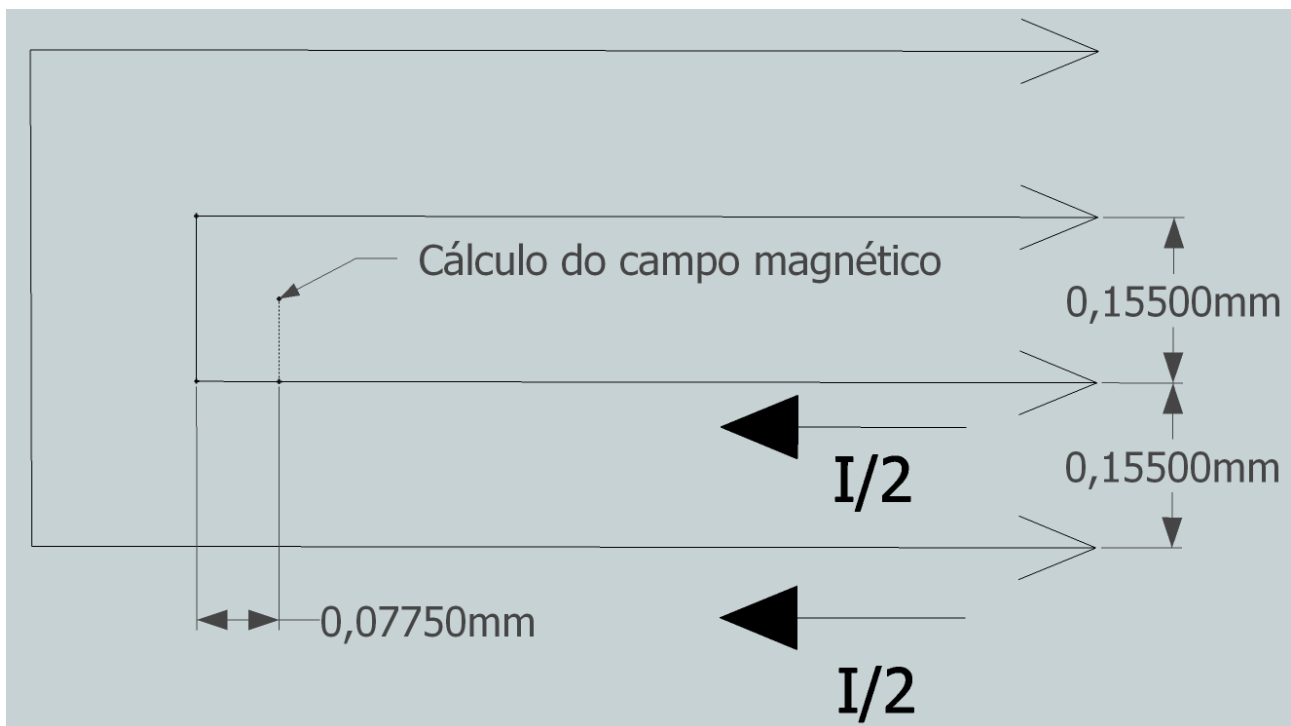


Figura C1: Diagrama mostrando a modelagem da meia-espira realizada para cálculo analítico simplificado do campo. A corrente total I passando a bobina é dividida em 2 partes iguais, consideradas fluindo em fios posicionados nas extremidades dos trechos de microstrips que formam a bobina. Os dois trechos mais longos são considerados semi-infinitos nos cálculos.

Para o cálculo do campo foi utilizada uma rotina, escrita no software MATLAB [32], baseada na aplicação da lei de Biot-Savart para obtenção do campo magnético em um ponto devido à circulação de corrente em trechos de fios retos [33]. A equação adaptada para este caso assume a forma

$$B = \frac{\mu_0 I}{4\pi R} (\sin \varphi_1 + \sin \varphi_2) \quad (5)$$

, na qual μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo ($4\pi \cdot 10^{-7} \text{ N.A}^{-2}$), I é a corrente circulando no fio em questão, R é a distância do ponto P onde o campo será calculado e a projeção dele na direção do fio, φ_1 e φ_2 são os ângulos entre as extremidades do fio e a reta que liga P à sua projeção na direção do fio (observe a Figura C2) e B é o campo magnético calculado no ponto P .

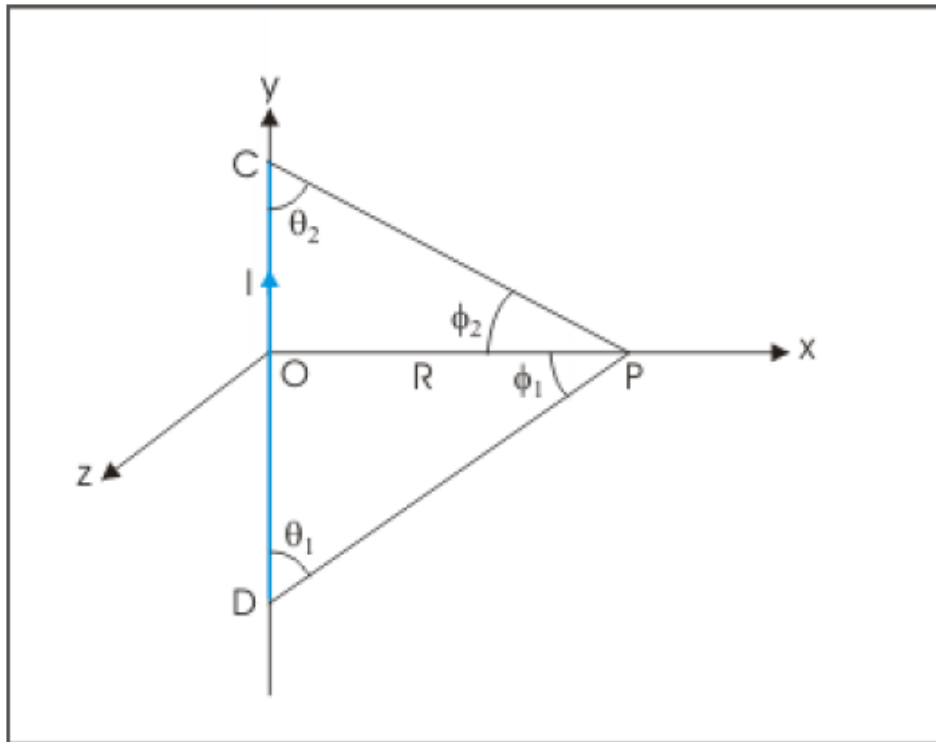


Figura C2: Diagrama representando as principais variáveis espaciais da Equação 5, permitindo o cálculo do campo magnético no ponto P devido à corrente I .

O valor de campo magnético obtido no cálculo foi de 1196 A/m. O código fonte desenvolvido está integralmente apresentado abaixo.

```
%Constantes globais:
u0 = 4*pi*1e-7;      %

%Alimentação:
ITot = 362e-3;        %Corrente total passando pela trilha de CI;

%Dimensões:
Rmed = 155e-6;        %Distância média do centro das trilhas ao ponto.
Largura = 155e-6;     %Largura da trilha.

%Campo em relação aos fios semi-infinitos (B = u0.I (sin a + sin B)/4.pi.R)
IFio = ITot/2; %Corrente para cada fio.

SenoProx = (Rmed-Largura/2) / (sqrt(2*(Rmed-Largura/2)^2));
SenoDist = (Rmed+Largura/2) / (sqrt(2*(Rmed+Largura/2)^2));

BInfProx = 2*(SenoProx+1)*(u0*(IFio)/(4*pi*(Rmed-Largura/2)));
```

```

BInfDist = 2*(SenoDist+1)*(u0*(IFio)/(4*pi*(Rmed+Largura/2)));

%Campo em relação ao trecho que liga as 2 "pernas" do "U":

BFinitProx = (2*SenoProx)*(u0*(IFio)/(4*pi*(Rmed-Largura/2)));
BFinitDist = (2*SenoDist)*(u0*(IFio)/(4*pi*(Rmed+Largura/2)));

%Campo total:

B = BInfProx + BInfDist + BFinitProx + BFinitDist
H = B/u0
Hoe = H*pi/1000

```


ANEXO D – Lay-out do amplificador para o fotodiodo

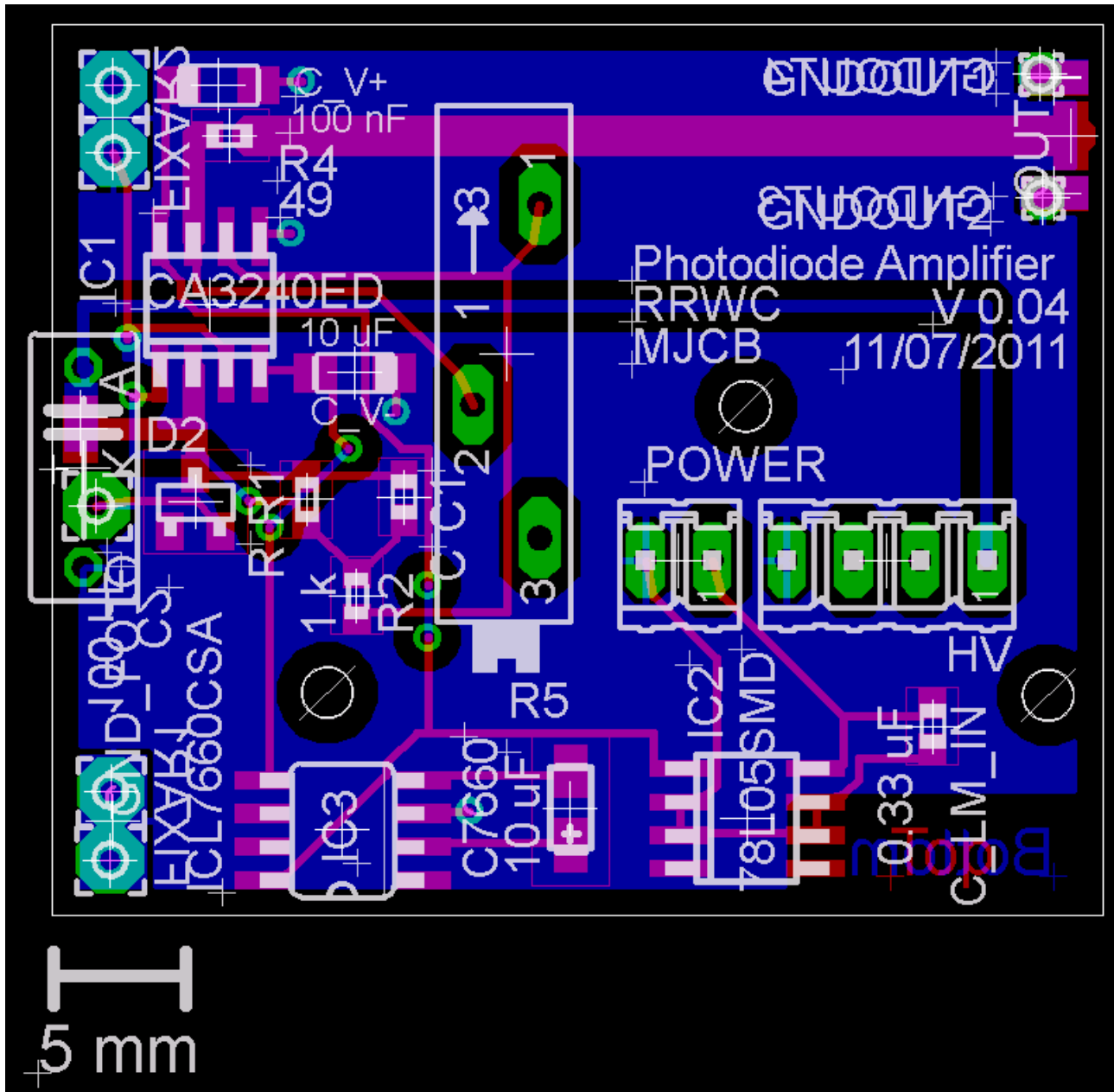


Figura D1: Desenho da placa projetada no software EAGLE para o amplificador do fotodiodo.